



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:

- Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
- Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.

2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

# **PENGARUH TEMPERATUR DAN KECEPATAN ALIRAN DAN CO<sub>2</sub> PADA PEMBENTUKAN PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE (PCC) DENGAN MATODA KARBONASI**

## **TESIS**



**ELVI SASTRI  
06207035**

**PROGRAM PASCASARJANA  
UNIVERSITAS ANDALAS  
2008**

**Pengaruh Temperatur Dan Kecepatan Aliran Gas CO<sub>2</sub>  
Pada Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC)  
Dengan Metoda Karbonasi**

**Oleh**

**Elvi Sastri**

**06 207 035**

**(di bawah bimbingan Novesar Jamarun dan Syukri Arief)**

**RINGKASAN**

Penelitian tentang pengaruh temperatur dan kecepatan aliran gas CO<sub>2</sub> pada pembentukan *precipitated calcium carbonate* (PCC) dengan metoda karbonasi telah dilakukan. Pada penelitian ini PCC disintesis dengan metoda Karbonasi modifikasi yakni dengan mereaksikan batu kapur yang sudah dikalsinasi dengan asam nitrat 1M, sehingga terbentuk garam kalsium yang mudah larut. Larutan garam kalsium nitrat yang terbentuk direaksikan dengan gas CO<sub>2</sub> dalam suasana basa (pH12) sehingga terbentuk endapan putih kalsium karbonat (PCC) dimana hal yang dipelajari pada penelitian ini adalah pengaruh temperatur dan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> terhadap kualitas dan morfologi PCC yang dihasilkan.

Pada penelitian ini konsentrasi bahan baku yang direaksikan pada setiap perlakuan adalah sama yaitu 2,8 g oksida batu kapur dalam 100 mL larutan (air dan asam). Untuk mempelajari temperatur dan kecepatan alir yang optimum pada penelitian ini dilakukan 5 variasi temperatur yaitu temperatur 30°C., 40°C., 50°C., 60 °C dan 70°C dan dan 4 variasi kecepatan alir kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> yaitu 0,25L/menit., 0,50 L/menit., 0,75 L/menit dan 1 L/menit. Semakin besar laju alir gas CO<sub>2</sub> maka semakin cepat pembentukan PCC dimana pada kecepatan alir gas

CO<sub>2</sub> 1 L/ menit diperoleh waktu yang singkat yaitu 40 menit dengan temperatur optimum 50 °C.

Variasi temperatur dan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> tidak menampakkan perbedaan yang signifikan terhadap rendemen PCC yang dihasilkan, hal ini disebabkan karena jumlah mol partikel CaO untuk masing-masing perlakuan adalah sama yaitu 0,05 mol sehingga rendemen PCC yang dihasilkan untuk tiap perlakuan hampir sama.

Berdasarkan foto optik PCC dengan mikroskop optik variasi temperatur 30 °C, 50 °C dan 70 °C sebaran ukuran partikel sempit dan bentuk partikel tidak homogen. Aglomerasi terjadi hampir semua perlakuan dan semakin jelas pada temperatur 70 °C.

Hasil analisis sifat optik PCC diperoleh nilai brightnes yang cukup besar yaitu 92,23 % ISO dan nilai whiteness 91,81% ISO dari sampel PCC yang terbentuk pada temperatur karbonasi 30 °C s/d 70 °C dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> 1 L/menit.

Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa kristal PCC yang dihasilkan pada temperatur 30 °C diperoleh dominan jenis vaterit 64,91 %. dan bercampur dengan kalsit 35,09 %. Pada temperatur 50 °C dominan kristal vaterit 94,22 % bercampur kristal kalsit (5,78%). Sedangkan pada temperatur 70 °C diperoleh PCC dominan aragonit (71,32 %) bercampur dengan kristal kalsit (28,71%).

Hasil pengukuran SEM menunjukkan PCC yang terbentuk pada temperatur 30 °C dan 50 °C berbentuk kubus yang merupakan bentuk kalsit yang berukuran 3-8 µm dan bentuk bulat (vaterit) yang berukuran 6 µm. Sedangkan Pada PCC yang terbentuk pada temperatur 70 °C ditemukan bentuk pipih dan



panjang yang merupakan bentuk aragonit dengan ukuran 5  $\mu\text{m}$  dan bercampur dengan kristal kalsit yang berbentuk kubus dengan ukuran 11  $\mu\text{m}$ .





**PENGARUH TEMPERATUR DAN KECEPATAN ALIRAN  
GAS CO<sub>2</sub> PADA PEMBENTUKAN PRECIPITATED CALCIUM  
CARBONATE (PCC) DENGAN METODA KARBONASI**

**Oleh**

**ELVI SASTRI**

**06 207 035**

**TESIS**

Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh  
Gelar Magister Sains Pada Program Pascasarjana  
Universitas Andalas

**PROGRAM PASCASARJANA  
UNIVERSITAS ANDALAS  
2008**



Judul Penelitian : **Pengaruh Temperatur Dan Kecepatan Aliran Gas CO<sub>2</sub> Pada Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dengan Metoda Karbonasi**

Nama Mahasiswa : **Elvi Sastri**

Nomor Pokok : **06 207 035**

Program Studi : **Kimia**

Tesis ini telah diuji dan dipertahankan di depan sidang panitia ujian akhir Magister Kimia pada program Pascasarjana Universitas Andalas dan dinyatakan **Lulus** pada tanggal 28 juni 2006

Menyetujui

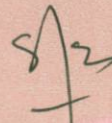
1. Komisi Pembimbing

Ketua



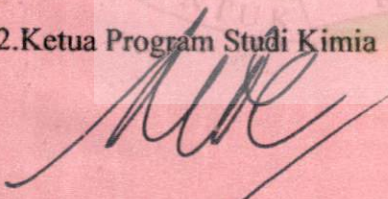
Prof. Dr. H. Novesar Jamarun, MS  
NIP. 131 966 887

Anggota



Dr. Syukri Anief, M. Eng  
NIP. 131 803 187

2. Ketua Program Studi Kimia



Dr. Djaswir Darwis, MS DEA  
NIP. 130 812 762

3. Direktur Program Pascasarjana



Prof. Dr. H. Novirman Jamarun, MSc  
NIP. 130 819 552



## RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan pada tanggal 16 Juni 1966 di Bandar Buat Kec. Lubuk Kilangan Padang, sebagai anak pertama dari tujuh bersaudara, ayah Masri dan ibu Yusnimar. Penulis menamatkan SDN 4 Bandar Buat pada tahun 1979, SMPN Lubuk Begalung Padang tahun 1982 dan SMAK Padang tahun 1986, kemudian memperoleh gelar Ahli Madya Kimia Analisis di Akademi Teknologi Industri (ATI) Padang pada tahun 1991. Penulis menikah pada tanggal 11 April 1993 dengan Erham dan dikaruniakan seorang putra yang bernama Muhammad Iqbal.

Pada tahun 1997 penulis bekerja sebagai guru honorer di Sekolah Menengah Analis Kimia (SMAK) Padang, Sambil bekerja sebagai guru honorer penulis melanjutkan pendidikan ke Universitas Negeri Padang dan memperoleh gelar Sarjana Pendidikan Pada tahun 2004.

Pada tahun 2004 Penulis diangkat sebagai pegawai Negeri Sipil Daerah dan ditugaskan sebagai guru SMA N 5 Sijunjung. Melalui beasiswa dari Pemerintah Daerah Propinsi Sumatera Barat tahun 2006 penulis meneruskan pendidikan pada Program Pascasarjana Universitas Andalas di Padang.





***Puji Syukur Atas Segala Rahmat dan Karunia Yang Telah  
Engkau Limpahkan Ya Allah Lewat Ilmu Bermanfaat  
Yang Ku peroleh***

***Katakanlah: " Samakah orang yang berilmu,  
Dan orang yang tiada berilmu..."?"***  
(Q.S Az Zumar ayat 9)

***Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman dan orang yang  
diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat***  
(Q.S AL Alaq ayat 3-5)

***Barang siapa yang keluar rumah untuk belajar  
Satu bab dari ilmu pengetahuan  
Maka ia telah berjalan fisabilillah sampai ia kembali  
Kerumahnya***  
(H.R Tarmizi dari Anas ra)

***Dengan memohon rhido Allah SWT, Ku  
persembahkan karya kecil ini tuk sebagai rasa cinta  
dan trimakasihku yang mendalam buat keluargaku  
yang tercinta istimewa sekali buah hatiku***  
Muhammad Iqbal

***Ya Allah.....tetapkanlah kebaikan bagi kami didunia dan akhirat,  
sesungguhnya Engkau maha mengasih, penyanggah dan  
Engkaulah pemilik Arsy yang tinggi.....Aamiin***



## PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Saya menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa pernyataan dalam tesis

Saya yang berjudul :

**“ PENGARUH TEMPERATUR DAN KECEPATAN ALIRAN GAS CO<sub>2</sub>  
PADA PEMBENTUKAN PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE  
(PCC) DENGAN METODA KARBONASI ”**

Adalah hasil kerja saya sendiri dan bukan merupakan jiplakan dari hasil kerja/karya orang lain, kecuali kutipan yang sumbernya dicantumkan.

Jika dikemudian hari pernyataan ini tidak benar, maka status kelulusan dan gelar yang Saya peroleh menjadi batal dengan sendirinya.

Padang, 14 Juli 2008

Yang membuat pernyataan

Elvi Sastri

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin, atas berkah rahmat dan karunia Allah SWT penulis telah dapat menyelesaikan penulisan tesis ini yang berjudul **“Pengaruh Temperatur Dan Kecepatan Aliran Gas CO<sub>2</sub> Pada Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dengan Metoda Karbonasi”**. Salawat dan salam semoga senantiasa tercurah selalu buat junjungan serta suri tauladan kita, Rasulullah SAW dan keluarga beserta sahabat-Nya.

Tesis ini ditulis sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Pascasarjana Universitas Andalas Padang.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kepala Dinas Pendidikan Sumatera Barat yang telah memberikan beasiswa untuk peningkatan mutu guru-guru SMA
2. Bapak Prof.Dr.H.Novesar Jamarun, MS sebagai ketua komisi pembimbing dan bapak Dr. Syukri Arief, M.Eng sebagai anggota komisi pembimbing
3. Bapak Dr. Djaswir Darwis, MS,DEA , bapak Prof.Dr Emriadi, MS dan bapak Prof. Dr. Admin Ailf sebagai tim penguji
4. Direktur (Prof. Dr. Ir. H. Novirman Jamarun, MSc), Asdir (Dr. Rudi Febriansyah dan Prof. Dr. Emriadi, MS ) serta segenap karyawan Pascasarjana Universitas Andalas Padang
5. Bapak Dr. Djaswir Darwis, MS, DEA sebagai ketua program studi Kimia
6. Bapak / Ibu Dosen jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang yang telah memberikan ilmu pengetahuan untuk penulis



7. Bapak Dindin Syafruddin, ST sebagai kepala laboratorium semen dan material Balai Riset dan Standarisasi Departemen Perindustrian dan Perdagangan (Baristand Indag) Padang
  8. Bapak Drs Ardinal selaku pembimbing dilaboratorium Baristand Indag Padang.
  9. Ibu Yulhasnah dan ibu Rahmawati sebagai pegawai perpustakaan Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang
  10. Bapak Drs.Rahmad, MM selaku kepala SMA N 5 Sijunjung yang telah memberikan waktu dan kesempatan pada penulis untuk menimba ilmu di Pascasarjana Universitas Andalas Padang
  11. Rekan-rekan satu pembimbing : Nurhepi, Nurlaina, Febriani, Salim, Nukman, Budi dan Idnawati) yang selalu berbagi dalam suka dan duka
  12. Rekan-rekan S<sub>2</sub> guru yang seperjuangan, khususnya S<sub>2</sub> guru Kimia
- Akhirnya penulis berharap tesis ini bermanfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan baik secara teoritis maupun terapan.

Padang, Juli 2008

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>v</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xii</b>
<b>I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Batu Kapur .....	4
2.2 Kalsium Karbonat .....	5
2.3 Precipitated Calcium Carbonate .....	7
2.3.1 Metoda Solvay .....	8
2.3.2 Metoda Caustic Soda .....	8
2.3.3 Metoda Karbonasi .....	9
2.4 X – Ray Fluorescence ( XRF ) .....	12
2.5 Mikroskop Optis .....	13
2.6 X-Ray Diffraction ( XRD ) .....	14
2.7 Scanning Electron Microscopy ( SEM ) .....	14
2.8 Elrepho 3000 .....	15

### III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Waktu dan Tempat Penelitian .....	16
3.2	Alat dan Bahan .....	16
3.3	Prosedur Penelitian .....	16
3.3.1	Pengambilan sampel .....	16
3.3.2	Proses Kalsinasi.....	17
3.3.3	Proses pelarutan CaO (slaking) .....	17
3.3.4	Proses karbonasi dengan variasi kecepatan aliran gas CO <sub>2</sub> .....	17
3.3.5	Penyaringan dan pencucian produk .....	17
3.4	Karakterisasi produk .....	18

### IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Hasil analisa komposisi kimia batu kapur dan PCC .....	19
4.2	Proses Kalsinasi .....	20
4.3	Proses pembentukan PCC dengan variasi temperatur dan kecepatan alir gas CO <sub>2</sub> dan pengaruhnya terhadap rendemen PCC yang dihasilkan .....	20
4.4	Pengaruh temperatur dan kecepatan alir gas CO <sub>2</sub> terhadap waktu pembentukan PCC .....	22
4.5	Foto optik PCC pada berbagai variasi temperatur dengan kecepatan alir gas CO <sub>2</sub> 1 L/menit.....	23
4.6	Analisa sifat optik (brightness & whiteness).....	25
4.7	Analisa XRD PCC .....	25
4.8	Hasil pengukuran SEM PCC pada berbagai variasi temperatur dengan kecepatan alir gas CO <sub>2</sub> 1 L/menit.....	28

### BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan .....	31
-----	------------------	----



5.2	Saran .....	32
-----	-------------	----

## DAFTAR PUSTAKA



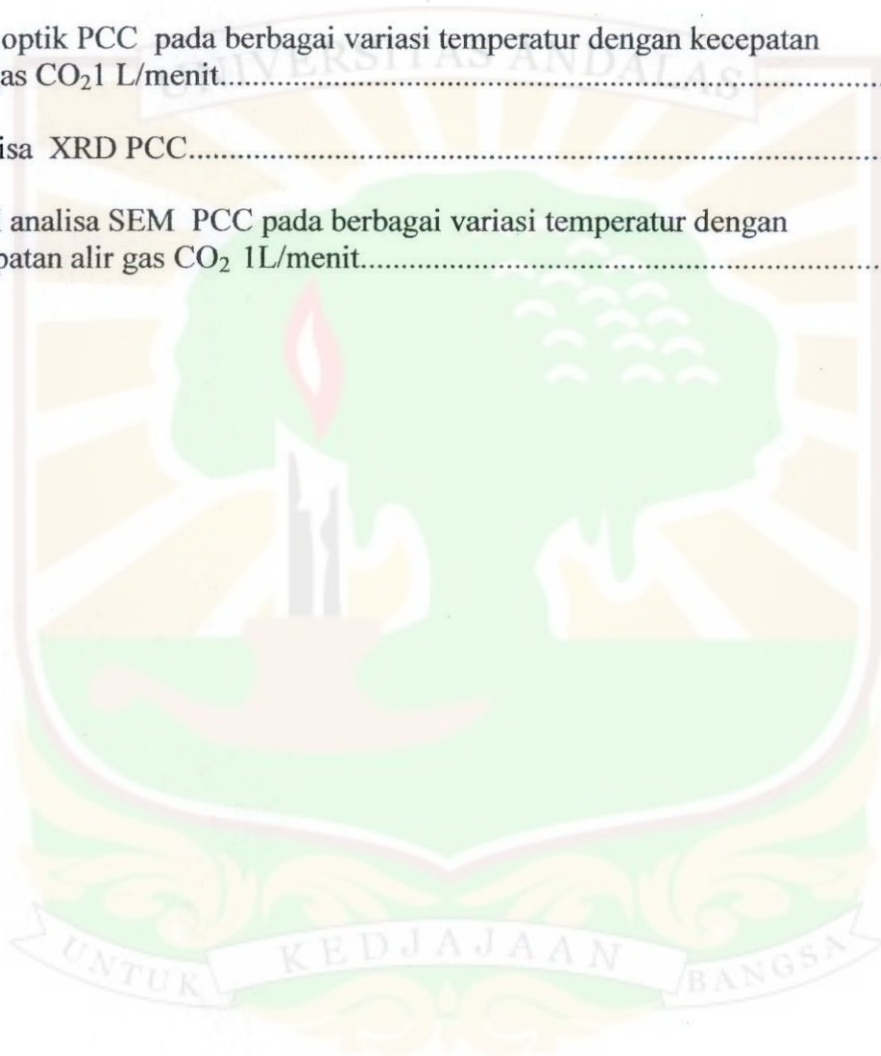
## DAFTAR TABEL

Nomor	Halaman
1. Komposisi kimia batu kapur dan PCC.....	19
2. Data pengukuran brightnes & whiteness PCC.....	36
3. Spesifikasi PCC-PAILIHW (Taiwan) (Taehwa).....	44
4 Spesifikasi PCC-T/C TAEHWA, Korea (Tama Pearl).....	44



## DAFTAR GAMBAR

Nomor	Halaman
1. Rendemen hasil pembentukan PCC pada berbagai variasi temperatur dan kecepatan alir gas CO <sub>2</sub> .....	21
2. Pengaruh temperatur dan kecepatan alir gas CO <sub>2</sub> terhadap waktu pembentukan PCC .....	22
3 Foto optik PCC pada berbagai variasi temperatur dengan kecepatan alir gas CO <sub>2</sub> 1 L/menit.....	23
4 Analisa XRD PCC.....	25
5 Hasil analisa SEM PCC pada berbagai variasi temperatur dengan kecepatan alir gas CO <sub>2</sub> 1L/menit.....	28





## DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Halaman
1. Contoh perhitungan penentuan rendemen PCC.....	35
2. Komposisi kimia PCC berdasarkan pengukuran dengan XRF.....	36
3. Data pengukuran Brightnes & whiteness PCC.....	36
4 Data PEAK PCC .....	37
5. Contoh perhitungan Ukuran Kristal.....	38
6. Contoh perhitungan ukuran partikel kristal PCC.....	39
7. Contoh perhitungan % kristal.....	40
8. H k l dari struktur kalsit, aragonit dan vaterit .....	41
9. Bagan kerja pembuatan PCC.....	43
10. Spesifikasi PCC.....	44
11. Foto SEM PCC pada temperatur 30°C,kec alir gas CO <sub>2</sub> 1 L/ menit .....	45
12. Foto SEM PCC pada temperatur 50°C,kec alir gas CO <sub>2</sub> 1 L/ menit .....	46
13. Foto SEM PCC pada temperatur 70°C,kec alir gas CO <sub>2</sub> 1 L/ menit .....	47

## I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Batu kapur merupakan hasil tambang yang terjadi secara alami dan tersedia dalam jumlah yang banyak dimuka bumi. Hasil tambang ini mempunyai kualitas yang cukup baik di Indonesia pada umumnya dan Sumatera khususnya.

Sumatera Barat merupakan lahan potensial yang cukup besar dalam memproduksi batu kapur, yang tersebar di berbagai daerah seperti di Gunung Tulas Muara Kiawai Kabupaten Pasaman dengan cadangan deposit 1.300.000 ton dengan luas 650 ha., Dusun Pauh Tinggi Desa Halaban I Kecamatan Luhak kabupaten 50 Kota dengan cadangan deposit 507.760.000 ton dengan luas 415 ha, Bukit Sumanik Desa Tanjung Lolo, Kecamatan Tanjung Gadang Kabupaten Sawah lunto Sijunjung dengan cadangan deposit 43.000.000 ton dengan luas 124 ha (Dinas Pertambangan, 2006).

Sejauh ini batu kapur di daerah Sumatera Barat masih dimanfaatkan dalam bentuk kapur tohor yaitu batu kapur yang telah dibakar dengan pengerjaan yang sederhana dengan menggunakan tenaga manusia. Batu kapur yang dihasilkan adalah dengan tingkat kemurnian yang rendah sehingga bernilai ekonomi rendah. Oleh sebab itu perlu adanya usaha untuk meningkatkan mutu nilai produk batu kapur dengan mengolah batu kapur menjadi precipitated calcium carbonate (PCC) dengan kualitas tinggi sehingga meningkatkan nilai jual batu kapur tersebut.

percipitated calcium carbonate (PCC) adalah produk pengolahan batu kapur melalui serangkaian reaksi kimia. Secara teknis PCC memiliki keistimewaan seperti ukuran partikel yang kecil ( mikro ), sifatnya mudah diatur



dan homogen. Dengan keistimewaan karakteristik yang dimilikinya, pemakaian PCC dalam industri menjadi semakin luas. Saat ini PCC telah digunakan sebagai additif pada obat-obatan, makanan, kertas, plastik, cat, karet dan tinta (Xiang, 2002).

PCC dapat disintetis dari batu kapur melalui tiga metode yaitu metode Solvay, Caustic Soda, dan karbonasi. Pada metode karbonasi, batu kapur dibakar / dikalsinasi pada suhu lebih dari  $900^{\circ}\text{C}$  sehingga terbentuk kalsium oksida  $\text{CaO}$ , kemudian  $\text{CaO}$  dilarutkan dengan air ( slaking ) sehingga terbentuk  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  yang biasanya disebut dengan susu kapur ( milk of lime ). Selanjutnya  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dialiri gas  $\text{CO}_2$  sampai pH 7,8 – 8 dan endapan yang terbentuk adalah endapan putih kalsium karbonat atau PCC. Untuk mendapatkan PCC yang berkualitas tinggi maka beberapa kondisi dari setiap proses seperti temperatur, waktu, pH, konsentrasi larutan dan kecepatan aliran gas  $\text{CO}_2$  perlu dikontrol (Muchtar, 1997).

Penelitian mengenai pembuatan PCC sebelumnya telah banyak dilakukan, yang mana pada penelitian sebelumnya dilakukan berbagai variasi untuk mendapatkan PCC yang berkualitas. Variasi yang dilakukan oleh penelitian sebelumnya diantaranya adalah pengaruh temperatur dan waktu kalsinasi batu kapur terhadap karakteristik PCC diperoleh hasil sebagai berikut : semakin tinggi temperatur maka semakin cepat proses kalsinasi dan ukuran partikel PCC yang dihasilkan semakin halus. Kondisi optimum temperatur kalsinasi adalah  $1000^{\circ}\text{C}$  dengan waktu 20 menit (Kuntum, 2005).

Penelitian selanjutnya mengenai pengaruh temperatur karbonasi terhadap pembentukan PCC dimana diperoleh temperatur yang optimum untuk pembuatan PCC adalah pada temperatur  $40\text{--}60^{\circ}\text{C}$  (Novesar. et al., 2005).



Proses pembuatan PCC yang efektif dan waktu yang singkat sangat diharapkan dalam menghemat biaya produksi dalam dunia industri. Bentuk partikel ( morphology ) juga akan menentukan penggunaan PCC itu sendiri. Pengembangan dan modifikasi proses pembuatan PCC dengan mempelajari pengaruh variasi temperatur dan variasi kecepatan aliran gas  $\text{CO}_2$  terhadap kualitas dan morphology dari PCC menjadi hal yang menarik untuk diteliti.

### **1.2 Rumusan masalah**

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan diatas maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah "Bagaimana pengaruh temperatur dan kecepatan aliran gas  $\text{CO}_2$  terhadap kualitas dan morphology dari PCC yang dihasilkan".

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimum pada variasi temperatur dan kecepatan aliran gas  $\text{CO}_2$  terhadap pembentukan PCC.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah dapat memberikan informasi tentang pengolahan batu kapur yang ada di Sumatera Barat menjadi PCC melalui variasi temperatur dan kecepatan aliran gas  $\text{CO}_2$ .

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Batu Kapur

Batu kapur merupakan batuan sedimen yang telah mengalami metaformis dan terbentuk secara organik atau secara langsung dari lautan karena proses pengendapan fosil binatang dan tumbuhan yang hidup di laut dan bertumpuk pada dasar laut. Di bawah tekanan tinggi akan mengeras menjadi batuan dan karena proses-proses alam seperti pergeseran maka timbul ke permukaan laut dan terangkat menjadi pegunungan batu kapur. Batu kapur merupakan batuan sedimen atau batuan sedimen yang telah mengalami metamorfosis (Bowles, 1991).

Pada umumnya batu kapur mengandung campuran mineral seperti kalsium karbonat, kalsium oksida sebagai komponen utama dan magnesium karbonat sebagai komponen sekunder serta besi, silika, alumina, sulfur dan komponen lainnya sebagai pengotor. Komposisi kimia batu kapur bervariasi berdasarkan daerah depositnya. Suatu batu dapat dikatakan sebagai batu kapur yang bisa diolah menjadi kalsium apabila mengandung minimal 50 % kalsium karbonat (Hassibi, 1991).

Menurut pengetahuan geologi, batu kapur tersusun dari 4 macam mineral (dikecualikan benda yang mengotori) yang memiliki sifat-sifat:

#### 1 Kalsit

Kandungan utama senyawa  $\text{CaCO}_3$ , mempunyai massa molekul relatif 100,1 g/mol, berwarna putih tetapi dapat berwarna kuning, coklat atau abu-abu karena ketidakmurniannya. Kalsit memiliki bentuk struktur rombohedral dengan densiti  $2,7\text{g/cm}^3$  dan kekerasan 3 mosh.



## 2 Dolomit

Komposisi utama  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  dengan kandungan  $\text{CaCO}_3$  sebesar 55,5-58% dan  $\text{MgCO}_3$  sebesar 20-44%, dolomit memiliki bentuk struktur rombohedral dengan densiti  $2,85 \text{ g/cm}^3$  dan kekerasan 3,5-4 mosh .

## 3 Aragonit

Komposisi kimia adalah senyawa  $\text{CaCO}_3$  yang berwarna putih dan adakalanya berwarna kekuning-kuningan, kecoklatan dan kemerahan, bentuk struktur ortorombik dengan densiti  $2,93 \text{ g/cm}^3$  dan kekerasan 3,5-4 mosh.

## 4 Magnesit

Merupakan senyawa  $\text{MgCO}_3$  yang berwarna putih, coklat atau merah kecoklatan, memiliki bentuk struktur rombohedral dengan densiti  $3 \text{ g/cm}^3$  dan kekerasa 3,5 - 4,5 mosh.

Dikenal juga adanya mineral vaterit, tetapi biasanya mineral ini tidak stabil dan akan segera berubah jadi kalsit. Perbedaan antara mineral kalsit dan aragonit dapat dilihat dengan perbedaan warna bila diberi larutan panas Cobalt Nitrat, Aragonit warna violet, sedangkan kalsit warna biru. Dari semua mineral tersebut diatas, yang paling banyak jumlahnya adalah kalsit (Dinas Pendidikan, 1987).

### 2.2 Kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ )

Kalsium karbonat adalah mineral alam yang berwarna putih. Terdiri dari tiga bentuk kristal yaitu kalsit dengan struktur trigonal, aragonit dengan struktur orthorombik dan vaterit dengan struktur heksagonal. Kalsium karbonat tidak larut dalam air tapi sedikit larut dalam larutan yang mengandung  $\text{CO}_2$  terlarut membentuk bikarbonat. (Weast, 1978).

Untuk memperoleh kalsium karbonat ada dua cara: pertama cara sederhana, dimana batu kapur digiling dengan kehalusan tertentu yang disebut dengan Ground Calcium Carbonate (GCC), kedua dengan cara reaksi kimia menggunakan metode tertentu seperti precipitated calcium carbonate. Berdasarkan pembuatannya kalsium karbonat dapat dikelompokkan menjadi 2 jenis yaitu:

#### 1. Ground Calcium Carbonate (GCC)

GCC adalah batu kapur yang diproduksi dengan cara sederhana yaitu dengan menggiling batu kapur sampai kehalusan tertentu dan bisa langsung dimanfaatkan sehingga ukuran dan bentuk partikelnya tidak homogen dan distribusi ukuran partikelnya luas. Penggilingan batu kapur untuk menghasilkan GCC ada dua cara yaitu penggilingan kering dan penggilingan basah (Kralj, 1997).

#### 2. Precipitated Calcium Carbonate (PCC)

Diperoleh melalui proses dan reaksi kimia, sehingga tingkat kemurniaannya jauh lebih tinggi dan berkualitas unggul. Secara teknis PCC memiliki karakterisasi yang istimewa jika dibandingkan dengan GCC. PCC memiliki ukuran partikel yang relatif seragam sehingga tingkat kehomogennya lebih tinggi, sedangkan GCC mempunyai ukuran partikel yang bervariasi. Karakterisasi PCC seperti ukuran partikel, bentuk dan jenis kristal sesuai dengan aplikasi yang diinginkan dapat diwujudkan melalui pengontrolan reaksi kimianya.

Dengan keistimewaan karakteristik yang dimilikinya, maka penggunaan PCC dalam industri semakin luas. Industri yang menggunakan PCC antara lain adalah industri cat, karet, plastik, pasta gigi, pigmen serta sebagai bahan tambahan dalam makanan. PCC juga dipakai sebagai bahan pengisi dan bahan pelapis pada industri kertas (Xiang, 2002).



### 2.3 Precipitated Calcium Carbonate (PCC)

Precipitated Calcium Carbonate atau PCC merupakan kalsium karbonat yang sudah diolah melalui reaksi kimia. Secara umum dapat dibuat melalui pelarutan kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) setelah itu dialiri gas  $\text{CO}_2$  untuk pembentukan PCC. Produk hasil reaksi merupakan PCC dengan ukuran partikel kecil.

PCC dapat diproduksi dalam bentuk larutan atau tepung tergantung pada permintaan konsumen. PCC memiliki beberapa karakteristik diantaranya adalah:

1. PCC Berbutiran gelondongan (Spindle Type)

Berbentuk gelondongan dengan garis tengah 1-2mm. PCC ini digunakan untuk pengisi karet plastik, pembuatan kertas dan aditif makanan. Sebagai bahan pengisi PCC jenis ini dapat meningkatkan kemudahan dikerjakan (workability) bahan yang diisinya. Disamping itu juga berfungsi sebagai bahan pewarna (putih) dan pengisi untuk cat, tinta gambar dan kapur tulis. Penggunaan dalam pembuatan kertas dapat menambah sifat tidak tembus cahaya (opacity) dan penyerapan tinta, Sebagai aditif makanan berfungsi untuk menetralkan keasaman, mencegah oksidasi dan memperbaiki sifat cetak (pada biskuit). PCC jenis ini juga digunakan untuk pasta gigi.

2. PCC Berbutiran berupa serat-serat halus memanjang tak teratur (Acicular Type)

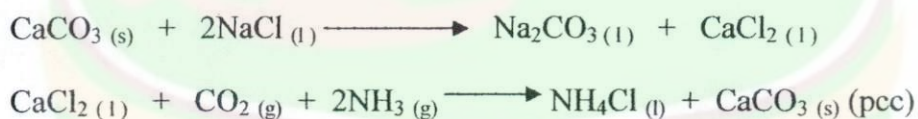
Berupa serat-serat halus yang memanjang tidak beraturan serta bergaris tengah 1-2  $\mu\text{m}$  kearah memanjang dan 0,2-0,3  $\mu\text{m}$  kearah melebar. PCC jenis ini dapat digunakan sebagai bahan dasar pewarna sekaligus sebagai pengisi, dapat menghasilkan kecerahan dan sifat tidak tembus cahaya pada kertas serta memiliki sifat permukaan mudah rusak (sifat kurang menguntungkan dari PCC).

### 3. PCC Berbutiran Bentuk Kubus (Dice Type)

Berbentuk kubus, berdiameter butiran  $0,3\mu\text{m}$ . PCC jenis ini biasanya digunakan sebagai pewarna (putih) untuk pelapis kertas (Coated paper) dan karton. Memiliki sifat dapat mempertahankan rheology pada proses pelapisan kertas dengan konsentrasi padatan suspensi yang tinggi, meningkatkan kecerahan dan sifat tak tembus cahaya serta memperbaiki sifat penyerapan tinta. PCC dapat dibuat melalui tiga metode, yaitu metoda solvay, caustic soda dan karbonasi ( Muchtar, 1997).

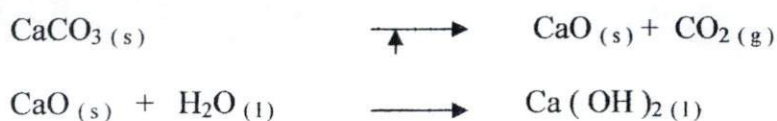
#### 2.3.1 Metoda Solvay

Metoda solvay merupakan metoda pembuatan PCC melalui reaksi antara batu kapur dengan garam natrium klorida. Metoda ini dapat digunakan untuk menghasilkan PCC dengan kemurnian yang tinggi, tetapi tidak efisien untuk diaplikasikan pada proses industri karena membutuhkan bahan kimia yang cukup banyak.



#### 2.3.2 Metoda Caustic Soda

Metoda caustic soda merupakan metoda pembuatan PCC dengan cara memanaskan batu kapur pada suhu tinggi, setelah itu oksida yang terbentuk ditambahkan air untuk selanjutnya ditambahkan natrium karbonat.



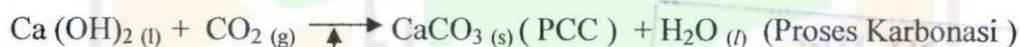
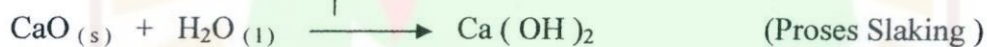
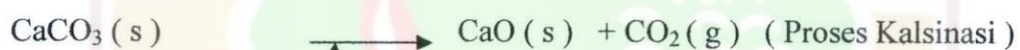




### 2.3.3 Metoda Karbonasi

Metoda karbonasi merupakan metoda pembuatan PCC yang paling efisien saat ini, karena disamping tidak menggunakan bahan kimia tambahan.

Metoda ini juga dapat memanfaatkan kembali hasil reaksi sampingan dalam setiap tahapan reaksi, seperti pemakaian kembali gas  $\text{CO}_2$  hasil pemanasan batu kapur dan pemanfaatan kembali air hasil samping proses karbonasi. Disamping itu metoda karbonat banyak dikembangkan karena dapat mengontrol bentuk dan ukuran partikel PCC yang dihasilkan dengan mengendalikan reaksi kimianya (Elsver, 1991).

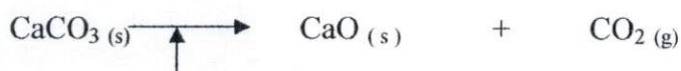


#### Tahapan –Tahapan Dalam Metoda Karbonasi

Tahapan proses yang dilalui adalah kalsinasi, hidrasi, karbonasi, filtrasi dan pengeringan.

##### A. Proses Kalsinasi

Proses kalsinasi merupakan proses pemanasan batu kapur untuk pembebasan  $\text{CO}_2$  sehingga menghasilkan  $\text{CaO}$ . Secara sederhana terbentuknya oksida kalsium ditandai oleh penurunan kehilangan berat yang konstan setelah pembakaran.



Proses kalsinasi batu kapur dipengaruhi oleh dua faktor yaitu suhu pembakaran dan ukuran partikel. Proses pemanasan sangat mempengaruhi komposisi kapur tohor, karena pemanasan ini akan membentuk oksida – oksida logam. Pada pemanasan batu kapur, suhu yang digunakan adalah  $1000^{\circ}$ , ini merupakan suhu yang umum digunakan untuk pembentukan oksida kalsium.

Jika pembentukan oksida kalsium tidak sempurna, maka akan mempengaruhi proses pelarutan oksida kalsium, sebab kalsium karbonat tidak larut dalam air sehingga sedikit jumlah ion kalsium dalam larutan. Oleh karena itu pemanasan batu kapur diharapkan mampu membentuk oksida kalsium sehingga pada proses pelarutan diharapkan semua oksida kalsium larut dan terion sempurna dalam larutan (Oates, 1990).

#### B. Proses Hidrasi

Proses hidrasi adalah penambahan air pada CaO sehingga terbentuk larutan putih susu atau larutan kalsium hidroksida ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ).

Adanya efek kapiler pada proses hidrasi menyebabkan air terabsorpsi oleh pori-pori kemudian udara yang terdapat dalam kapur tohor terdesak keluar, sehingga terbentuklah  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Penambahan air yang berlebihan menyebabkan terjadinya kapur susu (slurry). Proses hidrasi ini disebut juga dengan pelarutan kapur tohor. (Ardinal et al., 2003).



Deposit kalsium karbonat pada umumnya tidak murni, banyak mengandung elemen – elemen lain seperti magnesium, aluminium, besi dan logam lainnya yang berpengaruh terhadap kualitas hidrat yang dihasilkan. Masalah pokok pada saat kalsinasi adalah terbentuknya partikel CaO yang keras,



dimana pada bagian luar partikel CaO terbentuk lapisan keras sehingga air sulit untuk masuk ke bagian dalam partikel. Proses hidrasi dapat dilakukan apabila lapisan tersebut pecah. Hal ini dapat dilakukan melalui pengadukan yang cepat dan waktu retensi yang cukup. Perbandingan CaO dan air secara tidak langsung berpengaruh terhadap temperatur hidrasi (Potgieter et al., 2003).

### C. Proses Karbonasi

Proses karbonasi adalah proses pengaliran gas karbon dioksida (CO<sub>2</sub>) ke dalam larutan kalsium hidroksida (Ca(OH)<sub>2</sub>), sehingga menghasilkan endapan sukar larut berwarna putih yaitu PCC.



Dalam proses karbonasi diatas digunakan air untuk melarutkan CaO. CaO dalam air sulit larut sehingga sedikit CaO yang dapat larut akibatnya sedikit pula PCC yang dihasilkan, maka untuk itu digunakan asam sebagai pengganti air agar lebih banyak melarutkan CaO sehingga diharapkan dapat menghasilkan PCC yang lebih banyak.

Asam yang digunakan adalah asam nitrat (HNO<sub>3</sub>). Asam nitrat termasuk asam kuat dan merupakan agen pengoksidasi yang kuat bagi senyawa anorganik. sebagaimana sifat asam lainnya asam nitrat bereaksi dengan alkali, oksida basa dan karbonat untuk membentuk garam (Thieman, 1991), dan untuk membuat suasana basa ditambahkan NH<sub>4</sub>OH reaksi yang terjadi sebagai berikut: (Wiwit, 2007).



Kemudian dalam pengaliran gas  $\text{CO}_2$  ada dua cara yaitu dengan cara penggelembungan, dimana gas karbon dioksida akan berkontak langsung dengan larutan dan dengan cara counter current dimana gas tidak berkontak langsung dengan larutan. Pada proses industri, gas karbon dioksida yang dialirkan berasal dari proses kalsinasi.

#### D. Filtrasi

Filtrasi adalah pemisahan endapan dari larutan dengan cara penyaringan setelah itu dilakukan pengeringan (Ardinal et al., 2003).

### 2.4 X- Ray Fluorescence ( XRF )

Analisa bahan dengan menggunakan XRF digunakan untuk mengetahui komposisi bahan yang memiliki unsur dengan nomor atom besar dari nomor atom oksigen (  $>8$  ) secara kualitatif maupun kuantitatif. Keunggulan metoda ini adalah spektrumnya relatif sederhana, tidak merusak sampel dan menganalisa multi unsur dalam waktu cepat. Akan tetapi metoda ini kurang sensitif dan hanya bisa menganalisa unsur dengan nomor atom besar dari delapan. Disamping itu biaya operasinya mahal.

Prinsip XRF didasari oleh efek fotoelektrik. Ketika sampel diradiasi dengan foton energi tinggi maka elektron dari bagian dalam sampel akan menghambur keluar. Sementara itu pada bagian luar juga telah terisi dengan elektron, sehingga foton dengan karakteristik energi tertentu dari sebuah atom akan muncul. Radiasi ini disebut dengan radiasi fluoresensi. Masing-masing unsur memiliki karakteristik emisi tertentu (Skoog, 1985).



## 2.5 Mikroskop Optis

Mikroskop Optis digunakan untuk melihat gambaran material melalui perbesaran dengan menggunakan cahaya tampak. Sampel yang akan dikarakterisasi dapat berupa cairan atau material padat.

Pada mikroskop optis, informasi diperoleh melalui cahaya yang diterima atau dipantulkan oleh material. Komponen-komponen utama yang menyusun system peralatan ini antara lain sumber cahaya, kondensor, sistem lensa dan lensa mata. Kemampuan mikroskop jenis ini untuk menghasilkan pembesaran terhadap gambar dari sampel berkisar antara 10 kali sampai 1500 kali dengan batas resolusi sekitar 0,2 mikron.

Kegunaan mikroskop optis antara lain :

1. Dapat digunakan pada pengujian lapisan-lapisan polimer, fiber, foam, cairan, bubuk dan emulsi.
2. Dapat menghasilkan gambaran sampel perbesaran 10 kali sampai 1500 kali.
3. Dapat mengamati sampel yang diberi perlakuan termal melalui penggunaan program yang dihubungkan dengan pemanasan atau pendinginan terhadap sampel pada temperatur antara 29 sampai 400°C.

Kekurangan mikroskop optis antara lain :

1. Untuk menggunakan mikroskop optis dengan model transmisi, maka ketebalan sampel harus lebih kecil dari 5 mikron, lewat dari ini maka sinar yang ditransmisikan akan diserap oleh sampel sehingga menurunkan kualitas gambar yang dihasilkan

2. Sampel yang diamati harus stabil, karena perubahan bentuk sampel yang terlalu cepat akan menjadi masalah serius bagi karakterisasi dengan mikroskop optis ini (Sibilia, 1996).

## 2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisa XRD digunakan untuk mengetahui susunan atom-atom dalam suatu material kristalin sehingga akan diketahui struktur, orientasi dan ukuran kristal. Dari analisa ini akan diketahui sifat fisika dari suatu material padat seperti polimer, keramik dan logam.

Bila berkas elektron sinar X dijatuhkan pada suatu sampel (kristal), maka akan terjadi hamburan sinar. Hamburan sinar ini akan didifraksikan pada sudut tertentu ( $\theta$ ), sehingga bisa diketahui panjang gelombang sinar x ( $\lambda$ ) dan jarak antara bidang yang berdekatan ( $d$ ). Setelah diketahui ketiga variabel ini maka detector akan mempolakannya pada plat film. Dari pola inilah dapat ditentukan bentuk kristal dari suatu material (Ismono, 1978).

## 2.7 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM digunakan untuk menganalisa dan mempelajari tentang topografi permukaan sampel dalam bentuk padat. Sampel padat yang dianalisa bersifat penghantar listrik (konduktor). Jika tidak bisa menghantar listrik (isolator) maka harus dilapisi dengan material penghantar listrik seperti emas. SEM banyak digunakan untuk menganalisa material seperti keramik, polimer, alloy dan komposit. Kelebihan alat ini adalah resolusinya yang tinggi yaitu 1,5 – 3,0 nm dengan perbesaran 180.000 kali.



Analisa sampel dilakukan dengan melewatkan seberkas elektron melalui kolom, kemudian difokuskan dengan lensa magnetic menuju permukaan sampel. Permukaan sampel tersebut akan menangkap berkas sinar elektron dan mengemisikannya. Kemudian detektor akan menterjemahkan pola emisi dan hasilnya tergambar pada layar komputer (Jurgen, 2003).

## **2.8 Elrepho 3000**

Merupakan alat yang dapat digunakan untuk menentukan sifat optis dari material seperti brightness dan whitenes. Metoda ini digunakan secara luas terutama pada industri kertas yang digunakan untuk menguji dan mengontrol kualitas kertas yang dihasilkan.

Prinsip kerja alat ini didasarkan pada hamburan cahaya. Sumber cahaya yang digunakan adalah lampu flash dengan panjang gelombang 700nm. Sampel akan menyerap cahaya dan cahaya yang dihamburkan akan difokuskan ke lensa oleh detector dan diteruskan ke amplifier untuk selanjutnya dibaca oleh rekorder (Laswita, 2006).

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan juli 2007 sampai Maret 2008 di Laboratorium Balai Riset dan Standarisasi Departemen Perindustrian dan Perdagangan (Baristand Indag) Padang, Untuk karakterisasi produk yang dihasilkan dilakukan di Fakultas Pertanian Universitas Andalas Padang, PT. Semen Padang LUB-PTBN BATAN (Laboratorium Uji Bahan –Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir Badan Tenaga Atom Nasional) Serpong Tangerang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat alat gelas, furnace, desikator, kertas saring, pH meter, hot plate stirer, neraca analitis, pompa vakum, corong Buchner, XRF, XRD, Elrepho 3000. Sedangkan bahan yang digunakan adalah batu kapur, aquades dan gas CO<sub>2</sub> murni, asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat, dan amonia (NH<sub>4</sub>OH).

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

##### **3.3.1 Pengambilan sampel dan analisis awal komposisi kimia sampel**

Sampel berupa batu kapur diambil dari daerah Bukit Sumanik Desa Tanjung Lolo, Kecamatan Tanjung Gadang kabupaten Sijunjung. Teknik pengambilan sampel adalah acak random. Sampel dianalisis awal dengan menggunakan XRF di PT Semen Padang untuk mengetahui kadar CaO sampel.



### 3.3.2 Proses Kalsinasi

Sampel dilakukan penggilingan dan diayak dengan ukuran partikel 90  $\mu\text{m}$ , dibakar dalam furnace pada suhu 1000  $^{\circ}\text{C}$  selama 20 menit, sampel hasil kalsinasi ini didinginkan kedalam desikator dan selanjutnya dilakukan analisis dengan XRF. untuk mengetahui komposisi kimia dari sampel hasil kalsinasi.

### 3.3.3 Proses pelarutan CaO (slaking)

Sebanyak 2,8 g produk hasil kalsinasi ditambahkan larutan asam nitrat pekat ( $\text{HNO}_3$ ) sebanyak 6,3 ml dan aquades hingga volume menjadi 100 mL lalu diaduk selama 15 menit dengan kecepatan 700 rpm, kemudian saring. Filtrat hasil saringan diatur pHnya sampai 12 dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  kemudian disaring dengan kertas saring Whatman 42.

### 3.3.4 Proses karbonasi dengan variasi temperatur dan kecepatan aliran gas $\text{CO}_2$

Larutan yang telah diatur pHnya (pH basa) kemudian dialiri gas  $\text{CO}_2$  dengan kecepatan alir gas  $\text{CO}_2$  yaitu: 0,25 L/menit., 0,5L/menit., 0,75 L/menit dan 1L/menit dan variasi temperatur yaitu :30  $^{\circ}\text{C}$ ., 40 $^{\circ}\text{C}$ ., 50 $^{\circ}\text{C}$ ., 60 $^{\circ}\text{C}$  dan 70 $^{\circ}\text{C}$ . Pada waktu pengaliran gas  $\text{CO}_2$  ini dikontrol pHnya dengan pH meter, dimana reaksi yang terjadi sempurna bila pH akhir mencapai 7,8-8 dan terbentuk endapan putih dari PCC.

### 3.3.5 Penyaringan dan Pencucian Produk

Suspensi kalsium karbonat yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades. Endapan dikeringkan dalam oven dengan temperatur 105 $^{\circ}\text{C}$  sampai berat konstan lalu ditimbang untuk ditentukan rendemennya.

### **3.4 Karakterisasi produk**

- 3.4.1** Mikroskop optik, digunakan untuk melihat gambaran material dan penyebaran partikel secara umum. Pengukuran dilakukan di fakultas pertanian Universitas Andalas Padang. Sedikit sampel diletakkan diatas kaca objek, kemudian diberi beberapa tetes air dan tutup dengan kaca penutup, set lensa dengan perbesaran 200 X kemudian hubungkan mikroskop dengan alat foto.
- 3.4.2** XRF, digunakan untuk mengetahui komposisi kimia batu kapur dan PCC yang dihasilkan, pengukurannya dilakukan di PT Semen Padang.
- 3.4.3** XRD, digunakan untuk mengetahui susunan atom dalam suatu material kristalin sehingga diketahui struktur kristal, orientasi dan ukuran kristal PCC yang dihasilkan. Pengukuran dilakukan di Badan Tenaga Atom Nasional. Serpong Tangerang.
- 3.4.4** SEM, digunakan untuk mengetahui topogarfi permukaan PCC yang dihasilkan Pengukuran dilakukan di Badan Tenaga Atom Nasional. Serpong Tangerang.
- 3.4.5** Elrepho 3000, merupakan alat yang dapat digunakan untuk menentukan sifat optis dari material seperti brightness dan whitenes. Pengukuran dilakukan di PT Indah kiat Perawang Pekanbaru.



## IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Hasil analisa komposisi kimia batu kapur dan PCC

Hasil analisa komposisi kimia batu kapur didaerah Tanjung Gadang kabupaten Sijunjung sebelum dikalsinasi dan sesudah dikalsinasi dan setelah terbentuk PCC dengan menggunakan XRF ditunjukkan pada Tabel 1

Tabel 1. Komposisi Kimia Batu Kapur dan PCC

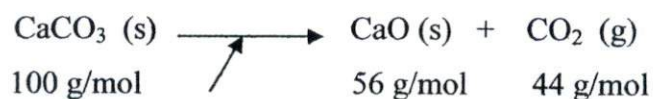
Senyawa Kimia	Sebelum dikalsinasi %(w/w)	Sesudah dikalsinasi %(w/w)	Setelah terbentuk PCC %(w/w)
SiO <sub>2</sub>	1,02	0,90	0,19
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,41	0,34	0,04
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,18	0,19	0,02
CaO	55,69	55,84	55,30
MgO	0,51	0,86	0,04
LOI	44,33	44,83	44,50

LOI : Loss On Ignation

Pada Tabel 1 memperlihatkan kandungan CaO batu kapur yang cukup besar yaitu 55,96 % sementara oksida-oksida logam lainnya seperti oksida besi, oksida aluminium dan oksida silika terdapat dalam jumlah yang relatif kecil (kurang dari 5 %), batu kapur dengan komposisi seperti ini dapat digunakan untuk bahan baku pembuatan PCC, karena untuk menghasilkan PCC dengan kemurnian yang tinggi dibutuhkan batu kapur dengan kandungan CaO minimal 50 % (Hassibi, 1991)

## 4.2 Proses Kalsinasi.

Reaksi kalsinasi dari batu kapur secara teoritis dan stoikiometri adalah



Berdasarkan reaksi diatas dapat diketahui bahwa hitungan teoritis persentase gas CO<sub>2</sub> yang dibebaskan adalah 44%. Pada penelitian sebelumnya telah diperoleh hasil optimal dari proses kalsinasi dengan temperatur kalsinasi 1000 °C dengan waktu 20 menit (Kuntum, 2005).

Pada temperatur tinggi energi panas yang dihasilkan juga besar sehingga masuknya panas kebagian terdalam batu kapur untuk mencapai proses kalsinasi yang sempurna berlangsung dalam waktu yang relatif singkat, oleh sebab itu digunakan juga temperatur dan waktu kalsinasi yang sama dalam proses kalsinasi batu kapur dalam penelitian ini.

## 4.3 Proses pembentukan PCC dengan variasi temperatur dan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> dan pengaruhnya terhadap rendemen PCC yang dihasilkan

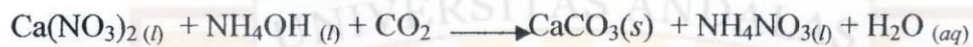
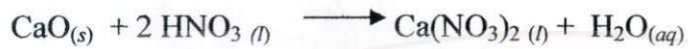
Pelarutan kalsium oksida (CaO) yang sempurna akan menghasilkan jumlah ion kalsium yang optimum. dalam penelitian sebelumnya telah diperoleh hasil yang optimum terhadap pelarutan oksida batu kapur, dimana dalam proses slaking batu kapur hasil kalsinasi dilarutkan dalam HNO<sub>3</sub> 1M oleh sebab itu digunakan juga pelarut yang sama dalam proses slaking batu kapur dalam penelitian ini (Wiwit 2007)

Batu kapur yang telah dilarutkan dalam HNO<sub>3</sub> 1M disaring, kemudian filtrat hasil saringan diatur pH nya sampai 12 dengan penambahan NH<sub>4</sub>OH, kemudian

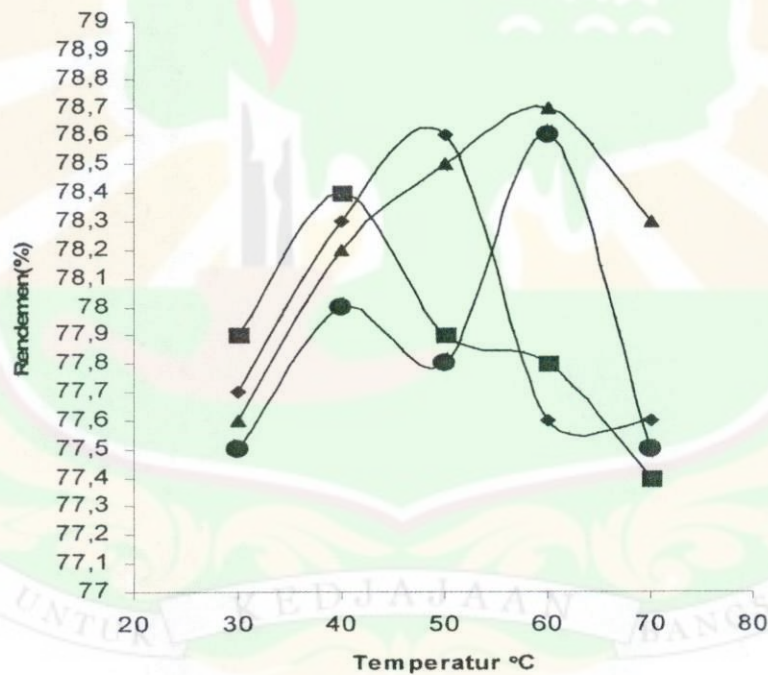


disaring dengan kertas saring Whatman 42. Filtrat hasil saringan dialiri gas  $\text{CO}_2$  dengan kecepatan alir gas  $\text{CO}_2$  : 0,25., 0,5., 0,75 dan 1 L/menit dan variasi temperatur: 30 °C., 40 °C., 50 °C., 60 °C dan 70°C sampai pH 8 sehingga terbentuk endapan putih PCC.

#### Reaksi pembentukan PCC



Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan diperoleh rendeman PCC yang ditunjukkan pada Gambar 1.

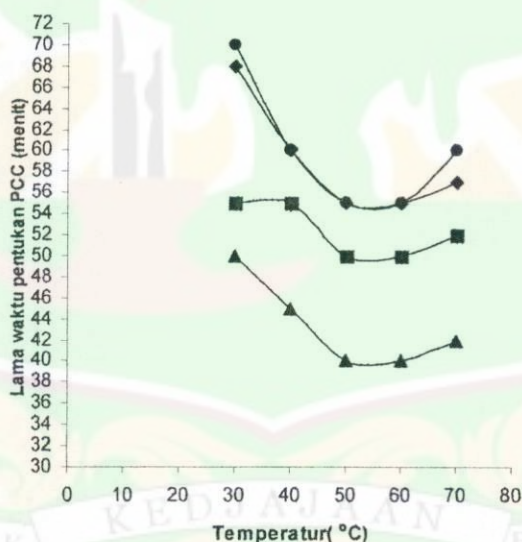


Gambar 1. Rendemen hasil pembentukan PCC dengan kec alir gas  $\text{CO}_2$  0,25 L/menit (●), 0,50 L/menit (◆), 0,75 L/menit (■) dan 1 L/menit (▲)

Dari Gambar 1. diperoleh bahwa rendemen PCC yang dihasilkan pada berbagai variasi dan kecepatan alir gas  $\text{CO}_2$  adalah hampir sama, tidak terdapat perbedaan yang signifikan (berkisar antara 77,5- 78,9 %) hal ini disebabkan karena jumlah mol partikel  $\text{CaO}$  untuk masing-masing perlakuan adalah sama yaitu 0,05 mol dengan konsentrasi  $\text{HNO}_3$  1M sehingga rendemen PCC yang dihasilkan untuk tiap perlakuan hampir sama.

#### 4.4 Pengaruh temperatur dan kecepatan alir gas $\text{CO}_2$ terhadap lama waktu pembentukan PCC

Hasil analisis pengaruh temperatur karbonasi dan kecepatan alirgas  $\text{CO}_2$  terhadap lama waktu pembentukan PCC dapat dilihat pada gambar. 2



Gambar.2 Pengaruh temperatur & kec alir gas  $\text{CO}_2$  terhadap lamanya waktu pembentukan PCC dengan kec alir gas  $\text{CO}_2$  0,25 L/menit (●-), 0,50 L/menit (◆-), 0,75L/menit (■-) dan 1 L/menit (▲-)

Hubungan antara lamanya waktu pembentukan PCC dengan temperatur dan kecepatan alir gas  $\text{CO}_2$  dapat dilihat pada Gambar 2, berdasarkan kurva

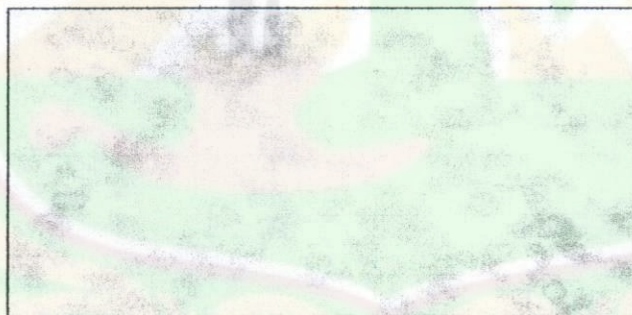


diatas, didapatkan bahwa semakin cepat aliran gas maka waktu pembentukan PCC semakin cepat. Kecepatan alir gas  $\text{CO}_2$  yang optimum adalah Kecepatan alir 1 L/menit. Hal ini disebabkan karena penambahan kecepatan alir dapat memperbanyak kelarutan  $\text{CO}_2$  dan akumulasi ion-ion  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$  dalam larutan sehingga larutan akan cepat jenuh yang mengakibatkan pembentukan nukleus (inti) dan proses pengendapan semakin cepat (Han, 2006).

Dengan waktu yang singkat tersebut dapat meningkatkan kuantitas dan menghemat biaya produksi pembuatan PCC.

#### **4.5 Foto optik PCC pada berbagai variasi temperatur dengan kecepatan alir gas $\text{CO}_2$ 1 L/menit**

Hasil foto optik PCC yang diperoleh pada berbagai variasi temperatur dengan perbesaran 200 X dapat dilihat pada gambar 3.



3a



3b



3c

Gambar 3. Foto optik PCC dengan perbesaran 200X. Pada temperatur 30 °C/kec alir 1 L /menit (**3a**)., temperatur 50 °C kec alir 1 L /menit (**3b**)., temperatur 70 °C kec alir 1 L /menit (**3c**)

Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa variasi temperatur mempengaruhi distribusi ukuran partikel dan aglomerasi. Pada temperatur 70 °C. (Gambar 2c ) sebaran ukuran partikel sempit dan bentuk partikel tidak homogen. Gambar 2b (50 °C ) sebaran partikel sempit dan ukuran partikel yang agak kecil. Gambar 2a (30°C ) menunjukkan sebaran partikel sempit dan ukuran partikel yang tidak homogen . Aglomerasi terjadi hampir semua perlakuan dan semakin jelas pada temperatur 70 °C hal ini kemungkinan disebabkan pengaruh kenaikan temperatur. Semakin tinggi temperatur karbonasi maka semakin tidak homogen distribusi partikel PCC yang dihasilkan dan beraglomerasi.

Jika temperatur tinggi maka fraksi tumbukan antar partikel akan besar sehingga terjadi peningkatan gaya afinitas partikel untuk beraglomerasi .Aglomerasi dapat merubah ukuran partikel sehingga terbentuk partikel-partikel heterogen (polidispersi) (Novesar et al., 2006).



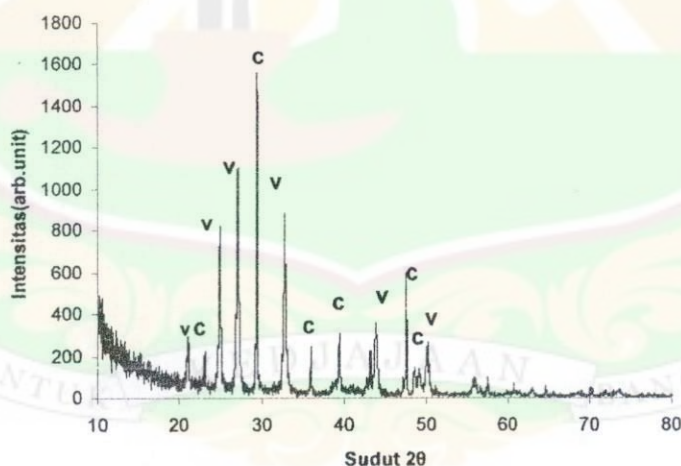
#### 4.6. Analisa sifat optik (brightnes & whiteness)

Hasil analisis sifat optic PCC diperoleh nilai brightnes yang cukup besar yaitu 92,23 % dan nilai whiteness 91,81% dari sampel PCC yang terbentuk pada temperatur karbonasi 30 °C s/d 70 °C dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> 1 L/menit.

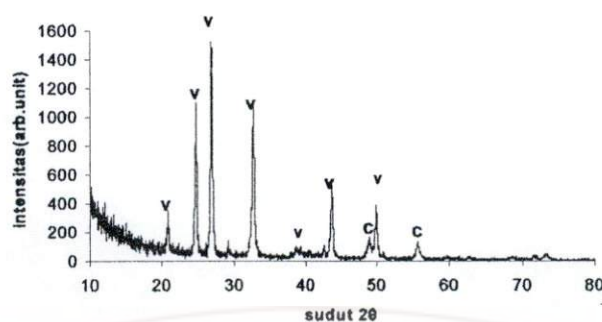
Sifat brightnes & whiteness ini dipengaruhi oleh komposisi kimia dari PCC dimana jika kemurnian PCC tinggi maka brightnes & whiteness juga tinggi, pada temperatur 30 °C s/d 70 °C dan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> 1 L/menit diperoleh PCC dengan tingkat kandungan CaO yang tinggi yaitu 55,30% (Lampiran 2 ).

#### 4.7. Analisa XRD PCC

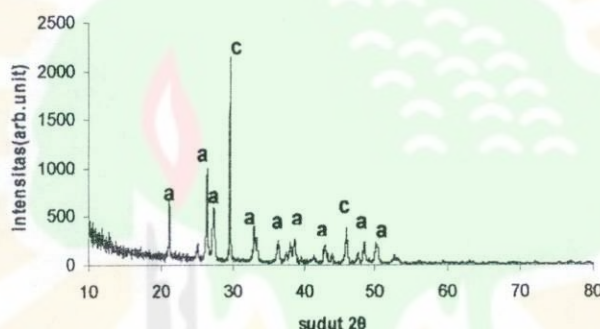
Pola XRD pada PCC yang diperoleh dari perlakuan pada temperatur 30 °C., 50 °C dan 70 °C dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> 1L/ menit dapat dilihat pada Gambar berikut.



Gambar 4. Pola XRD PCC pada temperatur: 30°C dengan kecepatan CO<sub>2</sub> alir 1L/ menit yang menghasilkan (v) vaterit dan (c) kalsit



Gambar 5. Pola XRD PCC pada temperatur :50°C dengan kecepatan CO<sub>2</sub> alir 1L/ menit yang menghasilkan (v) vaterit dan (c) kalsit



Gambar 6. Pola XRD PCC pada temperatur :70°C dengan kecepatan CO<sub>2</sub> alir 1L/ menit yang menghasilkan (a) aragonit dan (c) kalsit

CaCO<sub>3</sub> mempunyai 3 bentuk kristal yang berbeda yaitu kalsit, aragonit dan vaterit, dimana masing-masing kristal akan mempunyai puncak difraksi maksimum pada  $2\theta$  yang spesifik dan berbeda. Kalsit mempunyai puncak  $2\theta$  tertinggi adalah  $29,5^\circ$  dengan indeks Miller 104, aragonite mempunyai puncak  $2\theta$  tertinggi  $26^\circ$  dengan indeks Miller 111 serta vaterit mempunyai puncak  $2\theta$  tertinggi  $32^\circ$  dengan indeks Miller 112 dan 022 (Kontoyannis and Vagenas, 2000).

Pada pola Analisa XRD Gambar 4 (temperatur  $30^\circ\text{C}$ ), dapat dilihat bahwa puncak difraksi maksimum pada  $2\theta$  yaitu  $29,38^\circ$ . Hal ini menunjukkan bahwa kristal yang dihasilkan adalah berupa kalsit dengan indeks miller 104. Selain itu



terdapat puncak-puncak pendukung dengan sudut-sudut difraksi:  $23,05^{\circ}$ ,  $35,95^{\circ}$ ,  $39,39^{\circ}$ , dan  $48,45^{\circ}$ . Disamping puncak kalsit juga ditemukan puncak vaterit, yang mempunyai puncak difraksi maksimum pada  $2\theta$  yaitu  $24,91^{\circ}$ ,  $27,08^{\circ}$  dan  $32,78^{\circ}$  (Lampiran 4).

Pada Gambar 5 (temperatur  $50^{\circ}\text{C}$ ), puncak difraksi maksimum pada  $2\theta$  yaitu  $26,86^{\circ}$ . Hal ini menunjukkan bahwa kristal yang dihasilkan juga berupa vaterit dengan indek miller 021. Selain itu terdapat puncak-puncak pendukung dengan sudut-sudut difraksi:  $20,78^{\circ}$ ,  $24,70^{\circ}$ ,  $32,58^{\circ}$ ,  $38,61^{\circ}$ . Disamping puncak vaterit juga ditemukan puncak kalsit yang mempunyai puncak difraksi maksimum pada  $2\theta$  yaitu:  $48,83^{\circ}$  dan  $76,93^{\circ}$  (Lampiran 4).

Pada Gambar 6 (temperatur  $70^{\circ}\text{C}$ ), puncak difraksi maksimum pada  $2\theta$  yaitu  $29,59^{\circ}$ . Hal ini menunjukkan bahwa kristal yang dihasilkan adalah berupa kalsit dengan indek miller 104. Disamping puncak kalsit juga ditemukan puncak aragonit, yang mempunyai puncak difraksi maksimum pada  $2\theta$  yaitu:  $27,33^{\circ}$ ,  $45,96^{\circ}$  dan  $48,46^{\circ}$  (Lampiran 4).

Pola XRD diatas menunjukkan adanya perbedaan bentuk kristal yang dihasilkan pada temperatur  $30^{\circ}\text{C}$  dengan kecepatan alir gas  $\text{CO}_2$  yang sama yaitu 1L/menit, dimana pada temperatur tersebut dihasilkan dominan jenis vaterit dengan ukuran kristal 14,04 nm dengan persentase 64,91 % bercampur dengan kalsit dengan persentase 35,09 % dan ukuran kristal 14,11 nm.

Pada temperatur  $50^{\circ}\text{C}$  dihasilkan dominan kristal vaterit dengan ukuran kristal 14,22 nm dengan persentase 94,22 % bercampur kristal kalsit (5,7%) dengan ukuran kristal 13,97 nm.

Pada temperatur 70 °C dihasilkan kristal aragonit (71,32 %) dengan ukuran kristal 13,88 nm bercampur dengan kristal kalsit (28,7 %) dengan ukuran kristal 14,11 nm.

Menurut Han, et al., (2006) dalam penelitian yang telah dilakukan terhadap variasi temperatur pada pembentukan PCC didapatkan bahwa pada temperatur yang tinggi diperoleh dominan jenis kristal aragonit, sedangkan pada temperatur yang rendah dihasilkan jenis campuran kristal kalsit dan vaterit. Perubahan polimorf karena temperatur disebabkan karena adanya pengaruh panas vibrasi.

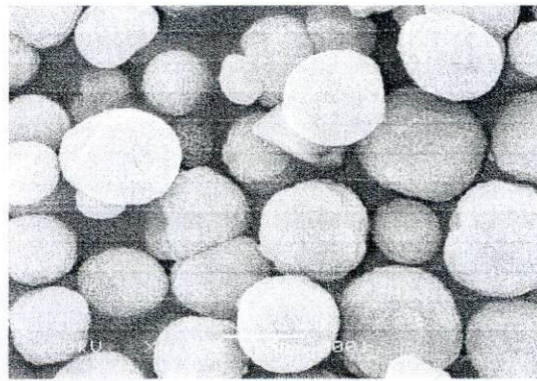
#### **4.8. Hasil analisa SEM PCC pada berbagai variasi temperatur dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> 1 L/menit**

Hasil pengukuran SEM PCC yang diperoleh dari perlakuan pada temperatur 30 °C ,50 °C dan 70 °C dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> 1L/ menit dapat dilihat pada Gambar 7 berikut.



7 a





7b



7c

Gambar 7. SEM PCC dengan perlakuan pada temperatur 30 °C (7a), 50 °C (7b), dan 70 °C (7c) dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> rata-rata 1 L/menit

Analisa SEM digunakan untuk melihat bentuk topografi permukaan sampel PCC. Kalsium karbonat terdapat dalam tiga bentuk polymorph yaitu: kalsit, aragonit dan vaterit, dimana secara termodinamika kalsit dapat ditemukan dalam bentuk stabil. Secara umumnya kalsit mempunyai bentuk kristal rombohedral, kubus, scalenohedral dan prismatic. Aragonit mempunyai bentuk cluster dan discrete needle-like, sedangkan vaterit dapat berbentuk bulat/spheric (Muchtar, 1997).

Hasil pengukuran SEM menunjukkan bahwa bentuk kristal yang dihasilkan tidak homogen. Pada gambar 7a dan 7b temperatur 30 °C dan 50 °C dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> rata-rata 1L/menit dihasilkan kristal kalsit berbentuk kubus dengan ukuran partikel 8 μm dan 3,57 μm bercampur dengan

vaterit (bulat) dengan ukuran partikel 6  $\mu\text{m}$  dan 6,42  $\mu\text{m}$ . Sedangkan pada temperatur 70  $^{\circ}\text{C}$  dihasilkan kristal aragonit 5  $\mu\text{m}$  bercampur dengan kristal kalsit dengan ukuran 11  $\mu\text{m}$ . adanya perubahan polymorf dari kristal ini disebabkan oleh beberapa faktor, diantaranya adalah temperatur dan kecepatan alir gas  $\text{CO}_2$ .

Menurut Hans et al. (2006) dalam penelitiannya mengatakan bahwa temperatur dan kecepatan aliran gas  $\text{CO}_2$  sangat berpengaruh terhadap bentuk kristal PCC, Ia menemukan bahwa pada suhu ruang diperoleh kristal PCC yang didominasi oleh vaterit dan minoritas kalsit, sedangkan pada suhu tinggi (60  $^{\circ}\text{C}$ ) yang ditemukan hanya kristal aragonit.

Bila dilihat dari kecepatan alir menurut Hans, bentuk kristal vaterit akan semakin dominan jika semakin tinggi kecepatan alir. Perubahan morfologi dan fasa pada PCC dengan kecepatan alir disebabkan kecepatan kelarutan  $\text{CO}_2$  pada kondisi yang berbeda. Naiknya kecepatan alir akan mempertinggi kelarutan  $\text{CO}_2$  dan akumulasi ion  $\text{H}^+$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ , meningkatkan kejenuhan larutan. Kejenuhan yang tinggi menyebabkan kecepatan nukleasi dan pengendapan, yang membatasi perubahan vaterit ke kalsit, jadi spesi vaterit terbentuk pada kecepatan aliran tinggi.



## V.KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa temperatur dan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> dapat mempengaruhi bentuk morphology kristal, dimana pada temperatur tinggi dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> yang tinggi bentuk kristal yang dihasilkan adalah dominan aragonit dan pada suhu yang rendah dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> yang tinggi bentuk kristal yang dihasilkan adalah dominan vaterit. sedangkan pada temperatur yang rendah dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> yang rendah pula maka bentuk kristal yang dihasilkan adalah dominan kalsit.

Temperatur dan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> yang optimum pada pembentukan PCC diperoleh pada temperatur 50 °C dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> adalah 1L/menit, dimana pada kondisi tersebut proses pembentukan PCC lebih cepat dan jenis kristal yang dihasilkan pada kondisi tersebut adalah dominan vaterit dengan bentuk spheric.

Berdasarkan hasil analisis sifat fisik dan optic PCC didapatkan bahwa pada temperatur 30 °C -70 °C dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> 1 L/menit dengan nilai brightnes & whiteness adalah 92,23 % dan 91,81% ISO.

Hasil analisis PCC dengan XRF menunjukkan PCC yang dihasilkan mempunyai tingkat kandungan CaO sebesar 55,30 % (lampiran 2 ).

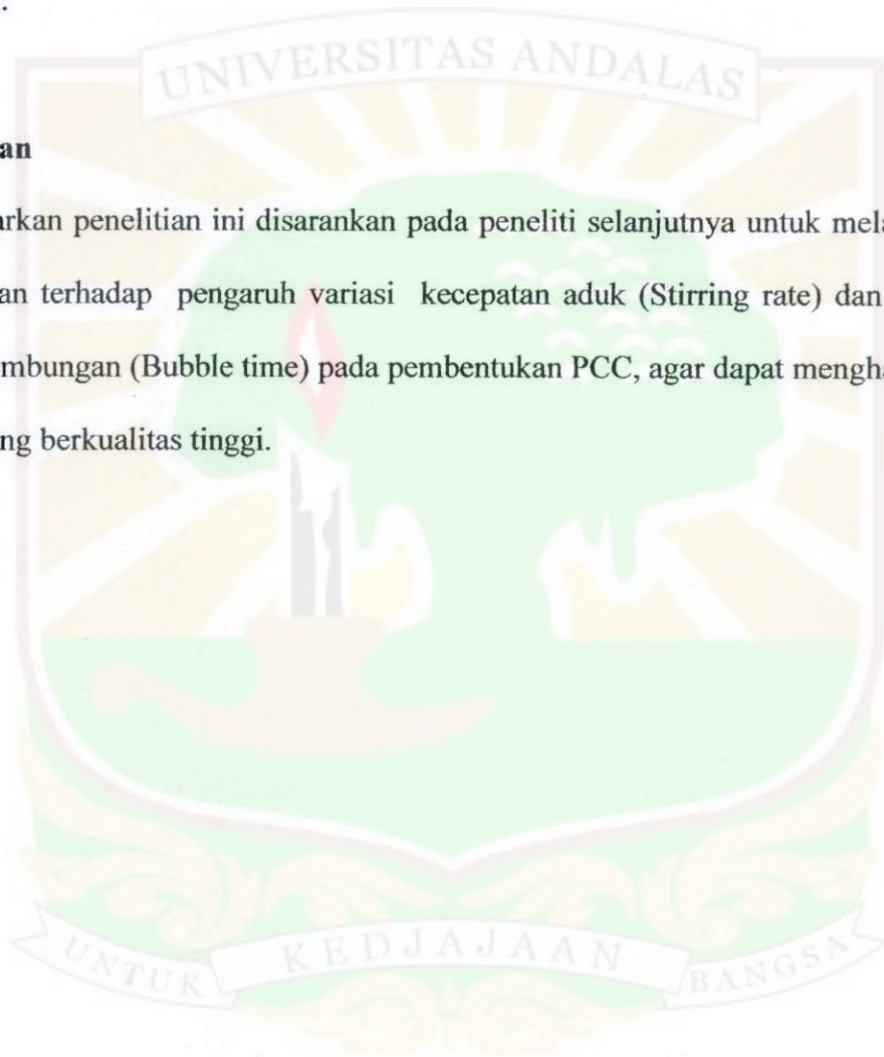
Hasil analisis XRD dan SEM menunjukkan bahwa kristal PCC yang dihasilkan pada temperatur 30°C diperoleh dominan jenis vaterit 64,91 %.dan bercampur dengan kalsit 35,09 %. Pada temperatur 50 °C dominan kristal vaterit 94,22 % bercampur kristal kalsit (5,78%). Sedangkan pada temperatur 70°C

diperoleh PCC dominan aragonit (71,32 %) bercampur dengan kristal kalsit (28,71%).

Dari berbagai data analisis terhadap PCC yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa PCC yang terbentuk pada temperatur 30 °C, 50 °C dan 70 °C dengan kec alir gas CO<sub>2</sub> 1liter/menit memenuhi standar spesifikasi PCC dunia industri.

## 5.2 Saran

Berdasarkan penelitian ini disarankan pada peneliti selanjutnya untuk melakukan penelitian terhadap pengaruh variasi kecepatan aduk (Stirring rate) dan waktu pengelembungan (Bubble time) pada pembentukan PCC, agar dapat menghasilkan PCC yang berkualitas tinggi.





## DAFTAR PUSTAKA

- Ardinal., Isnun., Firdausni., dan Dindin Syafruddin., 2003. *Penelitian Pembuatan  $\text{CaCO}_3$  Murni Dari Bahan Batu Kapur Sebagai Pemutih Untuk Gula, Kertas Dan Bahan Baku Cat*, No 164 Baristand Indag, Padang, hal 9
- Bowles, J., 1991. *Sifat-Sifat Fisis dan Geoteknis Tanah*. edisi kedua. Erlangga, Jakarta, hal 68
- Dinas Pertambangan, 2006. *Potensi Bahan Galian Sumatera Barat*. Padang
- Departemen Pendidikan, 1996. *Teknologi Bahan*, PDEC, Bandung, hal 18-36
- Elsver, B., 1991. *Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 5<sup>th</sup> ed, VCH Weinheim, pp 317-345
- Hassibi, 1991. *Factors Affecting Quality Of  $\text{CaCO}_3$* <sup>rd</sup> International Sorbalyt Symposium. New Orleans. CA USA
- Han, Yong Sheng, Hadiko, Gunawan., Fuji, Masayoshi and Takhasi., 2006. *Factors Affecting the Phase and Morphology of  $\text{CaCO}_3$  Prepared by a Bubbling Method*. J of the European Ceramic Society. Nagoya Institute of Technology. Japan
- Ismono, 1978. *Cara-Cara Optik Dalam Analisa Kimia*, Dept Kimia ITB, Bandung, hal X/I
- Jurgen, 2003. *Physics and Chemistry of Interface*, Frankfurt pp 162-173
- Kontoyannis, C.G and Vagenas, N.V., 2000. *Calcium Carbonate Phase Analysis Using XRD and FT.Raman Spectroscopy*, The Royal Society of Chemistry
- Kuntum, Khaira., 2005. *Pengaruh Temperatur dan Waktu Kalsinasi Batu Kapur Terhadap Karakteristik PCC*, Tesis-S2. Program Pascasarjana Universitas Andalas, Padang
- Kralj, D., 1997. *Precipitation of Calcium Carbonate from Calcium Hydroxide and Carbonic Acid Solution*, J. Crystal Growth, pp 248
- Laswita, S., 2006. *Pengaruh Aktivasi Kalsium Karbonat Dengan Asam Sulfat Terhadap Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC)*. Skripsi Sarjana Kimia Universitas Andalas, Padang

Muchtar Aziz.,1997. *Kalsium Karbonat Karakteristik Serta Penggunaannya Dalam Industri*.Makalah Teknik.No 3. tahun 6

Novesar Jamarun.,Rahmadanis dan Syukri Arief.,2005.*J.Pengaruh Temperatur Karbonasi Pada Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate*, No 1 ,Hal 1-4

Oates,T.,1990.*Lime and Limestone*.Ullmans Encyclopedia of Industrial Chemistry(ed Barbara Elvers,et al)Germany,Vol.A.15

Potgieter,J.H., Potgieter,S.S and De Waal,D., 2003.*An Empirical Study Of Factors Influencing Lime Slaking Part 11:Lime Constituents and Water Composition*.Departement of Chemistry,University of Petroria,0001,South Africa

Sibilia,J.P.,1996.*A Guide To Material Characterization and Chemical Analysis* 2<sup>nd</sup> ed.MC Graw Hill,USA

Skoog,D.A.,1985.*Principles of Instrumental Analysis* 3<sup>rd</sup> ed.Suonders College Publishing,USA

Thieman,M,1991.*Nitric Acid* Ullmans. Encyclopedia of Industrial Chemistry(ed Barbara Elvers,et al),Vol.A.17 Germany,pp299-316

Weast, Robert C,1978.*CRC .Hand Book of Chemistry and Physics*,58 th.ed.CRC Press,Icc,Cleaveland,Ohio,PP B-100,B-12

Wiwit,2007,*Pembentukan Precipitated Calcium Carbonate(PCC) Melalui Modifikasi Proses Slaking Pada Metoda Karbonasi* Tesis-S2.Program Pascasarjana Universitas Andalas, Padang

Xiang.L.2002,*Influence of Chemical Additives on the Formation of Super-fine Calcium Carbonate*.J.Powder Technology.Tsinghua University.Beijing





**Lampiran 1. Contoh perhitungan penentuan rendemen PCC**

$$\text{Massa sample(CaO)} = 2,8004 \text{ g}$$

$$\text{Masa batu kapur yang larut} = 2,1494 \text{ g}$$

$$\text{Massa PCC yang dihasilkan} = 3,0053 \text{ g}$$

$$\text{Mol CaO} \sim \text{Mol CaCO}_3$$

$$\text{Mol CaO} = \frac{\text{massa CaO}}{\text{Mr CaO}}$$

$$\text{Massa CaCO}_3 \text{ secara teoritis} = \text{mol CaO} \times \text{Mr CaCO}_3$$

$$= \frac{\text{massa CaO}}{\text{Mr CaO}} \times 100,03$$

$$= \frac{2,1494}{56} \times 100,03$$

$$= 0,038 \times 100,03$$

$$= 3,8394 \text{ g}$$

$$\text{Rendemen PCC} = \frac{\text{massa didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \%$$

$$= \frac{3,0053 \text{ g}}{3,8394 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 78,3 \%$$

Sampel A Pada temperatur 30°C,kecepatan alir 1 L/menit

No	Pos. [°2Th	FWHM [°2	Area [cts*°	Derivation	Backgr.[ct	d-spacing [	Height [cts	Rel. Int. [%]
1	20.9936	0.576	17.17	Pure K-Alp	7	4.22821	22.35	13.59
2	23.0564	0.576	10.13	Pure K-Alp	6	3.85437	13.2	8.02
3	24.9117	0.576	76.7	Pure K-Alp	6	3.57137	99.87	60.7
4	27.0822	0.576	121.13	Pure K-Alp	6	3.28987	157.72	95.86
5	29.3804	0.576	126.36	Pure K-Alp	5	3.03755	164.54	100
6	32.7888	0.576	103.6	Pure K-Alp	5	2.72916	134.9	81.99
7	35.9538	0.576	21.74	Pure K-Alp	5	2.49583	28.31	17.21
8	39.3906	0.576	37.09	Pure K-Alp	4	2.28563	48.29	29.35
9	43.8216	0.48	57.76	Pure K-Alp	4	2.06425	90.25	54.85
10	47.3639	0.576	36.67	Pure K-Alp	4	1.91779	47.75	29.02
11	48.4537	0.768	29.35	Pure K-Alp	4	1.87718	28.66	17.42
12	50.0306	0.576	52.77	Pure K-Alp	3	1.82164	68.72	41.76
13	55.7311	0.576	19.1	Pure K-Alp	2	1.64806	24.88	15.12
14	63.0062	0.48	7.55	Pure K-Alp	2	1.47413	11.8	7.17
15	68.5818	0.768	5.64	Pure K-Alp	3	1.36725	5.51	3.35
16	71.874	0.576	7.2	Pure K-Alp	2	1.3125	9.37	5.69
17	73.5931	0.672	9.85	Pure K-Alp	2	1.28603	11	6.68

Sampel B Pada temperatur 50°C,kecepatan alir 1L/menit

No.	Pos. [°2Th	FWHM [°2	Area [cts*°	Derivation	Backgr.[ct	d-spacing [	Height [cts	Rel. Int. [%]
1	20.7891	0.576	20.91	Pure K-Alp	7	4.26934	27.23	13.01
2	24.7013	0.576	107	Pure K-Alp	5	3.60131	139.32	66.57
3	26.8685	0.576	160.72	Pure K-Alp	6	3.31554	209.27	100
4	32.5848	0.576	147.24	Pure K-Alp	5.26	2.74578	191.72	91.61
5	38.6112	0.768	14.48	Pure K-Alp	5	2.32995	14.14	6.75
6	43.6568	0.576	90.19	Pure K-Alp	5	2.07165	117.44	56.12
7	48.836	0.48	23.93	Pure K-Alp	4	1.86337	37.39	17.86
8	55.5645	0.576	27.4	Pure K-Alp	4	1.6526	35.68	17.05
9	59.6979	0.576	5.71	Pure K-Alp	3	1.54767	7.43	3.55
10	62.5972	0.768	5.52	Pure K-Alp	3	1.48277	5.39	2.57
11	68.4885	1.152	9.13	Pure K-Alp	3	1.36888	5.94	2.84
12	71.7055	0.768	10.43	Pure K-Alp	3	1.31517	10.19	4.87
13	73.3203	0.576	13.09	Pure K-Alp	2	1.29014	17.04	8.14
13	73.3203	0.576	13.09	Pure K-Alp	2	1.29014	17.04	8.14

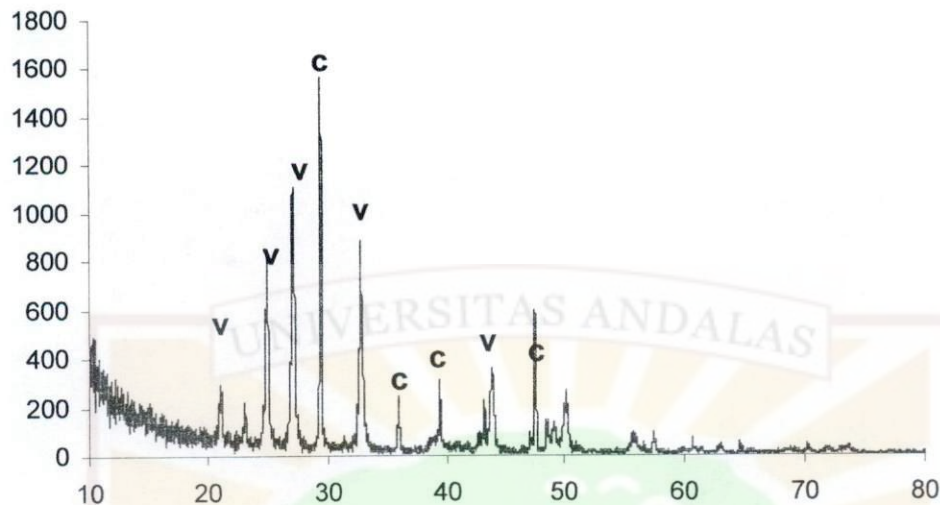
Sampel C Pada temperatur 70 °C,kecepatan alir 1L/menit

No.	Pos. [°2Th	FWHM [°2	Area [cts*°	Derivation	Backgr.[ct	d-spacing [	Height [cts	Rel. Int. [%]
1	21.1478	0.576	37.82	Pure K-Alp	9	4.19773	49.24	25.28
2	27.3355	0.48	52.9	Pure K-Alp	7	3.25995	82.66	42.43
3	29.5918	0.576	149.62	Pure K-Alp	7	3.01632	194.82	100
4	33.0644	0.768	48.56	Pure K-Alp	6	2.70704	47.42	24.34
5	36.3251	0.48	28.85	Pure K-Alp	5	2.47117	45.08	23.14
6	38.6635	1.152	70.9	Pure K-Alp	6	2.32692	46.16	23.69
7	41.3914	0.576	10.95	Pure K-Alp	5	2.17965	14.26	7.32
8	42.9358	0.576	25.47	Pure K-Alp	5	2.10476	33.16	17.02
9	44.0227	0.576	11.77	Pure K-Alp	5	2.05528	15.33	7.87
10	45.9689	0.576	70.25	Pure K-Alp	5	1.97269	91.48	46.95
11	48.4672	0.576	45.12	Pure K-Alp	4	1.87668	58.75	30.16
12	50.1816	0.48	40.31	Pure K-Alp	4	1.81651	62.99	32.33
13	52.4421	0.96	21.83	Pure K-Alp	4	1.74341	17.05	8.75
14	56.0888	1.152	9.58	Pure K-Alp	4	1.63839	6.24	3.2
15	63.0881	0.96	9.29	Pure K-Alp	3	1.47241	7.25	3.72
16	66.2922	0.768	5.48	Pure K-Alp	3	1.4088	5.35	2.75
17	71.9534	0.576	5.26	Pure K-Alp	3	1.31125	6.85	3.52
18	76.9305	0.576	7.93	Pure K-Alp	4	1.23834	10.33	5.3



## Lampiran 5

### Contoh Perhitungan Ukuran Kristal Dengan Metoda Scherrer



Spektrum XRD PCC pada temperatur 30 °C dengan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> 1L/menit

Persamaan Scherrer. 
$$L = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cos \theta}$$

L = Ukuran Kristal (nm)

K = Konstanta (0,89)

$\lambda$  = Panjang gelombang sinar x untuk Cu  $\lambda$  (0,15406 nm)

$\beta$  = FWHM(Full Width Half Maximum) pada  $2\theta \times (\pi/180)$

$\theta$  = Sudut Bragg

1. Pada puncak kalsit 29,3804°

$$L = \frac{0,89 \times 0,15406 \text{ nm}}{(0,576 \times 3,14/180) \times \cos 29,3804/2}$$

$$L = 14,11 \text{ nm}$$

2. Pada puncak Vaterit 27,0822°

$$L = \frac{0,89 \times 0,15406 \text{ nm}}{(0,576 \times 3,14/180) \times \cos 27,0822/2}$$

$$L = 14,04 \text{ nm}$$

## Lampiran 6

## Contoh perhitungan ukuran partikel kristal PCC



PCC pada suhu 30 °C dan kecepatan alir gas CO<sub>2</sub> 1L/menit berdasarkan foto SEM perbesaran 2000 X

Skala = 10 μm

Panjang pembanding(garis putih) = 2,5 cm

Lebar partikel = 2,0 cm

Ukuran partikel sesungguhnya =  $\frac{\text{Lebar partikel}}{\text{Panjang pembanding(garis putih)}} \times \text{skala}$

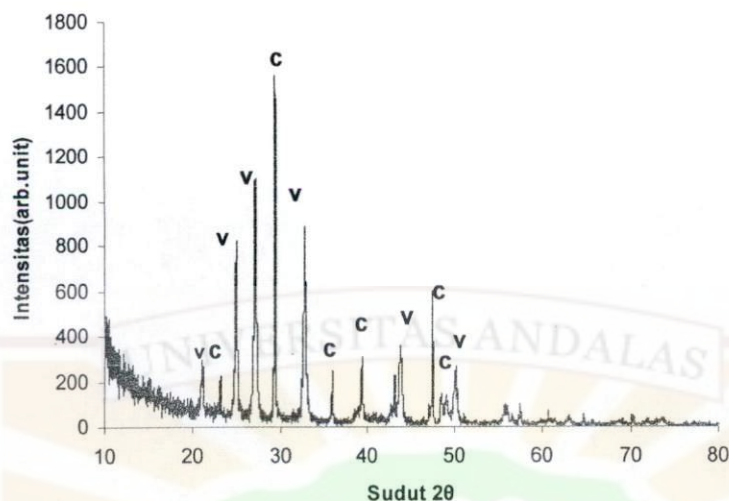
$$= \frac{2,0 \text{ cm}}{2,5 \text{ cm}} \times 10 \mu\text{m}$$

$$= 8 \mu\text{m}$$



## Lampiran 7

## Contoh perhitungan persentase komposisi kristal



C = Kalsit  
V = Vaterit

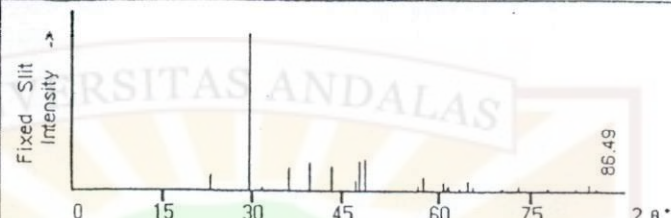
$$\begin{aligned} \% \text{ kalsit} &= \frac{\sum \text{kalsit}}{\sum \text{kalsit} + \sum \text{vaterit}} \times 100\% \\ &= \frac{8,02 + 100 + 17,21 + 29,35 + 29,02 + 14,42 + 7,17}{(8,02 + 100 + 17,21 + 29,35 + 29,02 + 14,42 + 7,17) + (13,59 + 60,7 + 95,86 + 81,99 + 54,85 + 41,76 + 15,12 + 3,35 + 5,69 + 6,68)} \\ &= \frac{205,19}{584,78} \\ &= 35,09 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ vaterit} &= \frac{\sum \text{vaterit}}{\sum \text{vaterit} + \sum \text{kalsit}} \times 100\% \\ &= \frac{13,59 + 6,07 + 95,86 + 81,99 + 54,85 + 41,76 + 15,12 + 3,35 + 5,69 + 6,68}{(13,59 + 6,07 + 95,86 + 81,99 + 54,85 + 41,76 + 15,12 + 3,35 + 5,69 + 6,68) + (8,02 + 100 + 17,21 + 29,35 + 29,02 + 14,42 + 7,17)} \\ &= \frac{379,59}{584,78} \\ &= 64,91 \% \end{aligned}$$

## LAMPIRAN 8.

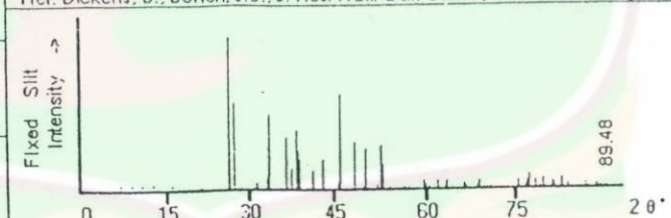
## H k l dari struktur kristal kalsit, aragonit dan vaterit

83-0578	Quality: C	Ca (C O3)
CAS Number:		Calcium Carbonate
Molecular Weight: 100.09		Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
Volume[CD]: 367.54		Ref: Warchow, R., Z. Kristallogr., 186, 300 (1989)
Dx: 2.713 Dm:		
S.G.: R3c (167)		
Cell Parameters:		
a 4.988 b c 17.05		
$\alpha$ $\beta$ $\gamma$		
I/lor: 3.21		
Rad: CuK $\alpha$ 1		
Lambda: 1.54060		
Filter:		
d-sp: calculated		
ICSD #: 079674		
Mineral Name:		
Calcite		

2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
23.060	99	0	1	2	58.107	11	1	0	10	76.287	11	2	2	0
29.410	999	1	0	4	60.682	51	2	1	4	77.196	19	1	1	12
31.451	19	0	0	6	61.020	23	2	0	8	78.444	1	2	2	3
35.976	139	1	1	0	61.398	24	1	1	9	80.248	1	1	3	1
39.418	175	1	1	3	63.068	19	1	2	5	80.958	5	3	1	2
43.167	149	2	0	2	64.673	57	3	0	0	81.555	21	2	1	10
47.126	64	0	2	4	65.647	31	0	0	12	82.151	3	0	1	14
47.527	185	0	1	8	69.207	10	2	1	7	83.790	39	1	3	4
48.520	194	1	1	6	70.269	18	0	2	10	84.828	17	2	2	6
56.574	30	2	1	1	72.916	26	1	2	8	85.902	1	3	1	5
57.410	87	1	2	2	73.687	6	3	0	6	86.494	4	1	2	11

76-0606	Quality: C	Ca (C O3)
CAS Number:		Calcium Carbonate
Molecular Weight: 100.09		Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
Volume[CD]: 226.65		Ref: Dickens, B., Bowen, J.S., J. Res. Natl. Bur. Stand., Sect. A, 75, 27 (1971)
Dx: 2.933 Dm: 2.947		
S.G.: Pmcn (62)		
Cell Parameters:		
a 4.959 b 7.964 c 5.737		
$\alpha$ $\beta$ $\gamma$		
I/lor: 1.14		
Rad: CuK $\alpha$ 1		
Lambda: 1.54060		
Filter:		
d-sp: calculated		
ICSD #: 034308		
Mineral Name:		
Aragonite		

2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
19.048	3	0	1	1	48.349	252	0	4	1	62.680	1	1	3	3
21.085	17	1	1	0	48.482	305	2	0	2	62.939	27	3	2	1
22.308	6	0	2	0	48.937	5	0	1	3	63.387	50	1	5	1
26.233	999	1	1	1	49.838	21	2	1	2	64.958	3	0	0	4
27.238	562	0	2	1	50.269	253	1	3	2	65.061	5	3	0	2
31.150	45	0	0	2	51.950	28	1	4	1	65.934	4	2	2	3
32.768	79	1	2	1	52.509	279	1	1	3	66.136	39	0	1	4
33.164	486	0	1	2	52.944	67	2	3	1	66.238	33	3	1	2
36.140	331	1	0	2	53.076	153	0	2	3	66.582	31	3	3	0
36.140	331	2	0	0	53.984	21	2	2	2	67.973	2	1	0	4
37.291	128	0	3	1	56.189	22	0	4	2	68.685	27	2	4	2
37.920	385	1	1	2	56.460	10	1	2	3	68.815	16	3	3	1
38.430	246	1	3	0	56.830	16	3	1	0	69.125	46	1	1	4
38.650	190	0	2	2	59.265	54	3	1	1	69.608	18	0	2	4
41.212	122	2	1	1	59.491	32	1	4	2	70.134	20	1	5	2
41.641	6	1	3	1	59.491	32	2	4	0	70.947	14	0	6	0
42.929	185	1	2	2	60.251	15	0	5	1	71.685	1	2	3	3
42.929	185	2	2	0	60.366	9	2	3	2	72.348	5	2	5	1
45.522	35	0	4	0	61.053	1	1	5	0	72.530	5	1	2	4
45.881	624	2	2	1	61.860	50	2	4	1	73.119	1	0	6	1
46.573	6	0	3	2	62.360	1	2	1	3	75.330	56	3	3	2



74-1867 Quality: C  
 CAS Number:  
 Molecular Weight: 100.09  
 Volume[CD]: 250.41  
 Dx: 2.655 Dm:

S.G.: Pbnm (62)  
 Cell Parameters:  
 a 4.130 b 7.150 c 8.480  
 $\alpha$   $\beta$   $\gamma$

I/I<sub>cor</sub>: 1.13  
 Rad: CuK $\alpha$ 1  
 Lambda: 1.54060  
 Filter:  
 d-sp: calculated

ICSD #: 027827

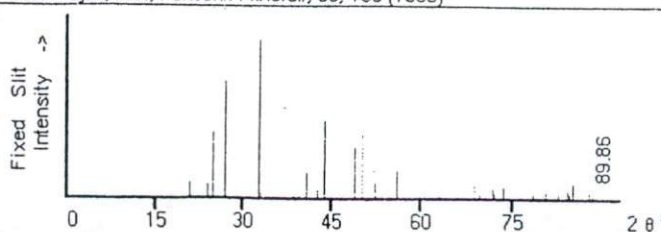
Mineral Name:  
 Vaterite

CaCO<sub>3</sub>

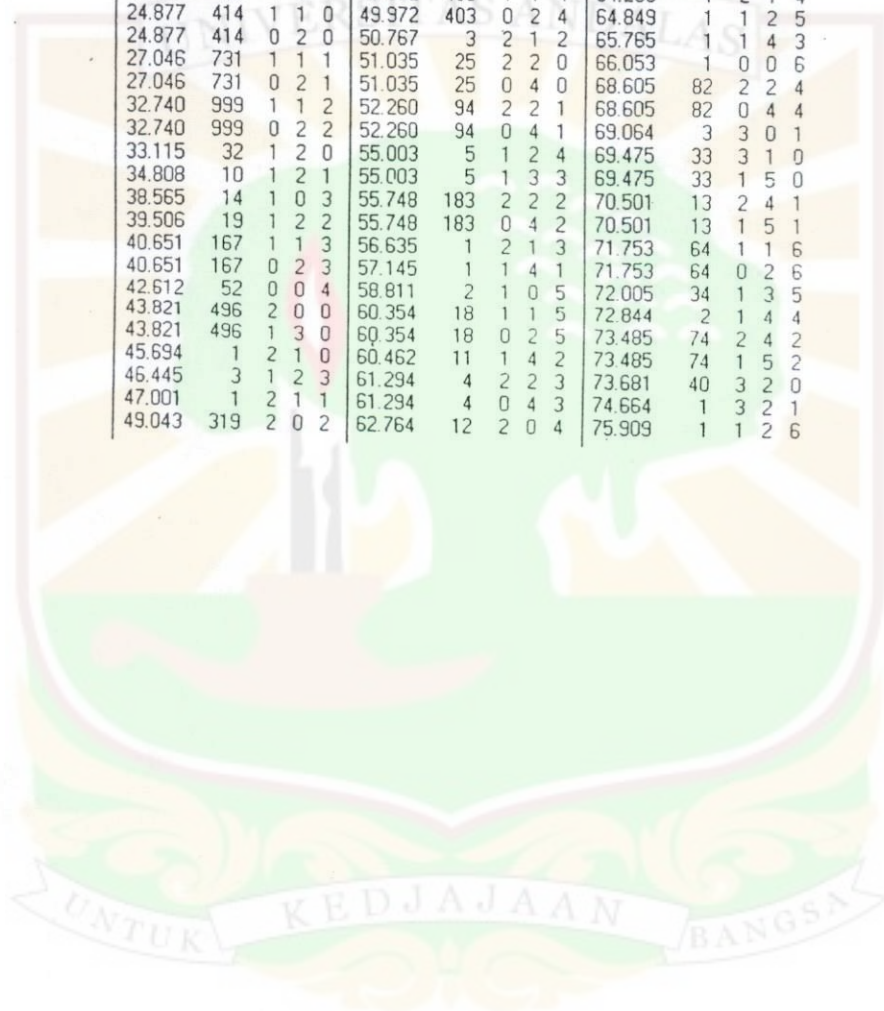
Calcium Carbonate

Ref: Calculated from ICSD using POWD-12+\*, (1997)

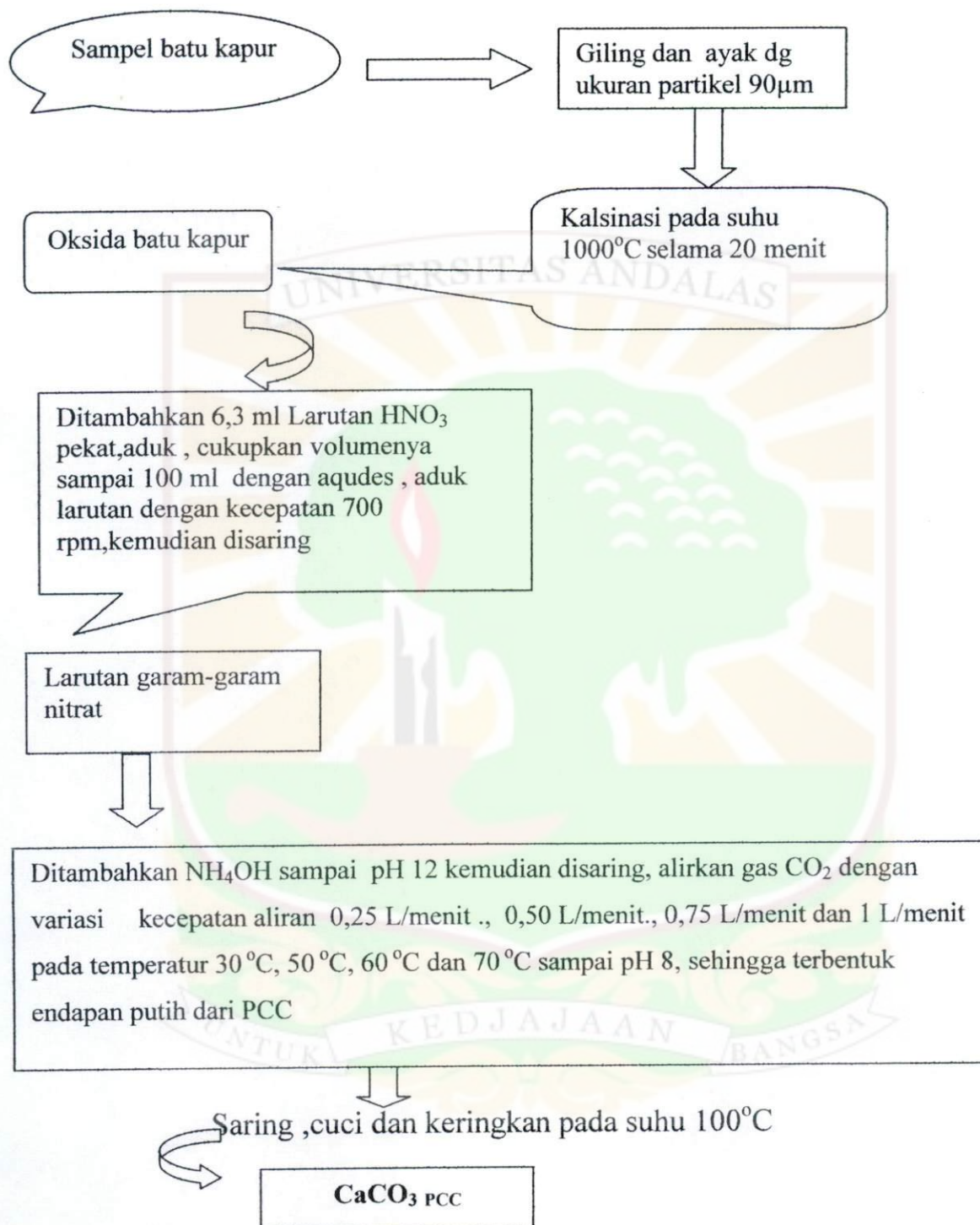
Ref: Meyer, H.J., Fortschr. Mineral., 38, 186 (1960)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
20.935	91	0	0	2	49.043	319	1	3	2	62.764	12	1	3	4
23.947	80	1	0	1	49.972	403	1	1	4	64.250	1	2	1	4
24.877	414	1	1	0	49.972	403	0	2	4	64.849	1	1	2	5
24.877	414	0	2	0	50.767	3	2	1	2	65.765	1	1	4	3
27.046	731	1	1	1	51.035	25	2	2	0	66.053	1	0	0	6
27.046	731	0	2	1	51.035	25	0	4	0	68.605	82	2	2	4
32.740	999	1	1	2	52.260	94	2	2	1	68.605	82	0	4	4
32.740	999	0	2	2	52.260	94	0	4	1	69.064	3	3	0	1
33.115	32	1	2	0	55.003	5	1	2	4	69.475	33	3	1	0
34.808	10	1	2	1	55.003	5	1	3	3	69.475	33	1	5	0
38.565	14	1	0	3	55.748	183	2	2	2	70.501	13	2	4	1
39.506	19	1	2	2	55.748	183	0	4	2	70.501	13	1	5	1
40.651	167	1	1	3	56.635	1	2	1	3	71.753	64	1	1	6
40.651	167	0	2	3	57.145	1	1	4	1	71.753	64	0	2	6
42.612	52	0	0	4	58.811	2	1	0	5	72.005	34	1	3	5
43.821	496	2	0	0	60.354	18	1	1	5	72.844	2	1	4	4
43.821	496	1	3	0	60.354	18	0	2	5	73.485	74	2	4	2
45.694	1	2	1	0	60.462	11	1	4	2	73.485	74	1	5	2
46.445	3	1	2	3	61.294	4	2	2	3	73.681	40	3	2	0
47.001	1	2	1	1	61.294	4	0	4	3	74.664	1	3	2	1
49.043	319	2	0	2	62.764	12	2	0	4	75.909	1	1	2	6



## LAMPIRAN 9

**BAGAN KERJA PEMBUATAN PCC**

Karakterisasi dengan Mikroskop Optis, XRD, XRF, Eleprho 3000 dan SEM



## Lampiran 10

## Spesifikasi PCC

Tabel 3. Spesifikasi PCC-PAILIHW (Taiwan)(Taehwa)

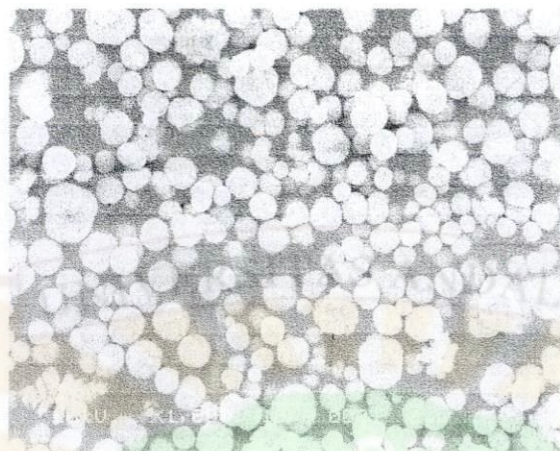
Chemical Analysis		Physical Properties	
SiO <sub>2</sub>	0,1%	Whiteness	91-96 %
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1%	Specific Gravity	2.51
MgO	0,2 %	Av. Particle size	0.04 mμ
CaO	54,5%	Fineness	99.5(-325 mesh)
Ignition Loss	45%	pH -Value	8-9
Moisture	1.0%	BET	40.1 m <sup>2</sup> /g

Tabel 4. Spesifikasi PCC-T/C TAEHWA, Korea (Tama Pearl)

Physical Properties		Chemical Properties	
Whiteness and brilliance(%)	up 92	Calcium oxide(CaO) (%)	up 54
Specific Gravity	2.57	Magnesium oxide(MgO) (%)	less 0.2
Apparent density(g/cc)	0.56	Silicon dioxide (%)	less 0.2
Av. particle diameter(mμ)	0.04	Iron oxide and aluminium	less 0.2
pH	8 - 8.5	Oxide(R <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )(%)	
Residu(-325 mesh)(%)	less 0.3%	Ignition loss(%)	45
Moisture	less 0.5		
Surface treatment	FA		

**LAMPIRAN 11**

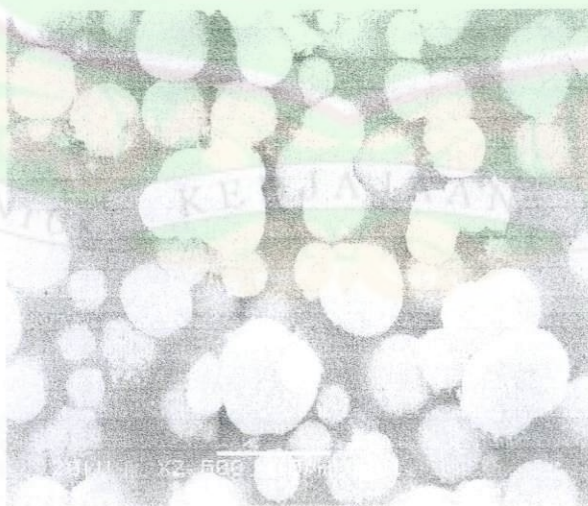
Foto SEM PCC pada temperatur 30°C, kec alir gas CO<sub>2</sub> 1 L/ menit



1000 X



2000 X

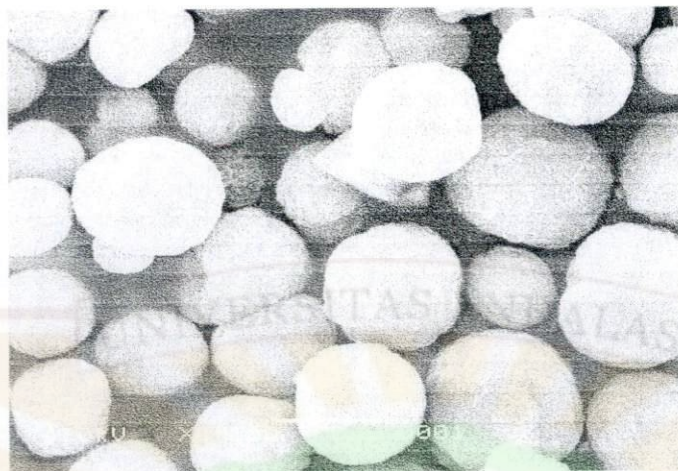


2500 X



**LAMPIRAN 12**

Foto SEM PCC pada temperatur 50°C , kec alir gas CO<sub>2</sub> 1 L/ menit



4000 X



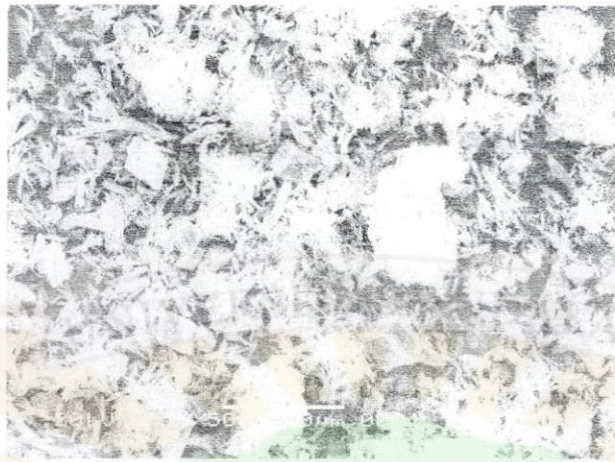
5000 X



10000 X

**LAMPIRAN 13**

Foto SEM PCC pada temperatur 70°C , kec alir gas CO<sub>2</sub> 1 L/ menit



500 X



3000 X



5000 X

MILIK  
T PERPUSTAKAAN  
VERSITAS ANDALAS

EDJAJA

BANGSA